

E.T.S. de Ingeniería Industrial,  
Informática y de Telecomunicación

# Estudio comparativo de dos aleaciones NAB sometidas a tratamientos térmicos



Máster Universitario en  
Ingeniería de Materiales y Fabricación

## Trabajo Fin de Máster

Autor: Iñigo Martínez Echeverría

Director: Carlos Berlanga Labari

Codirectora: M<sup>a</sup> Victoria Biezma Moraleda

Pamplona, marzo de 2020



## ÍNDICE

PALABRAS CLAVE.....	8
1. INTRODUCCIÓN .....	8
2. ESTADO DEL ARTE .....	9
2.1. El cobre y sus aleaciones .....	9
2.2. Influencia de los elementos químicos en la aleación.....	10
2.2.1. Cobre .....	10
2.2.2. Aluminio .....	11
2.2.3. Níquel .....	12
2.2.4. Hierro.....	13
2.2.5. Otros aleantes .....	13
2.3. Microestructura de los NAB .....	14
2.3.1. Formación.....	15
2.3.2. Composición química .....	17
2.4. Posibles tratamientos térmicos y físicos .....	19
2.4.1. Temple.....	19
2.4.2. Revenido.....	19
2.4.3. Recocido .....	19
2.4.4. Envejecido .....	20
2.4.5. Otros tratamientos.....	20
2.5. Tribología.....	21
2.6. Resistencia a corrosión.....	23
2.6.1. Mecanismo de corrosión.....	23
2.6.2. Corrosión por picadura.....	25
2.6.3. Corrosión de fases .....	25
3. ALEACIONES A ESTUDIO .....	26
3.1. C95400.....	27
3.2. C95500.....	28
3.3. DETERMINACIÓN DE DENSIDADES.....	29
4. METALOGRAFÍA.....	30
4.1. Procedimiento experimental .....	30

4.1.1.	Corte de las muestras.....	30
4.1.2.	Pulido de las muestras .....	31
4.1.3.	Ataque químico .....	35
4.2.	Análisis metalográfico de las muestras.....	36
4.2.1.	Muestra A1, aleación C95400 en estado de recepción, <i>as cast</i> .....	37
4.2.2.	Muestra A2, aleación C95400 con enfriamiento en aire .....	40
4.2.3.	Muestra A3, aleación C95400 con enfriamiento en horno .....	43
4.2.4.	Muestra B1, aleación C95500 en estado de recepción, <i>as cast</i> .....	46
4.2.5.	Muestra B2, aleación C95500 con enfriamiento en aire.....	49
4.2.6.	Muestra B3, aleación C95500 con enfriamiento en horno .....	52
4.3.	Resultados .....	55
5.	DETERMINACIÓN DE DUREZA .....	56
5.1.	Microindentación .....	56
5.2.	Dureza HRb.....	58
5.3.	Dureza Vickers.....	59
5.4.	Comparación entre escalas .....	61
5.5.	Resultados .....	62
6.	ENSAYOS TRIBOLÓGICOS .....	64
6.1.	Preparación de muestras .....	65
6.2.	Procedimiento experimental .....	66
6.3.	Análisis de las muestras .....	67
6.4.	Resultados .....	72
6.4.1.	Graficas de desgaste.....	72
6.4.2.	Volumen perdido.....	76
7.	ESTUDIO DE LA RESISTENCIA A CORROSIÓN.....	80
7.1.	ENSAYO DE CORROSIÓN EN INMERSION .....	80
7.1.1.	Preparación de las muestras .....	80
7.1.2.	Procedimiento experimental.....	80
7.1.3.	Análisis de las muestras .....	83
7.1.4.	Resultados .....	86
7.2.	ENSAYO DE CORROSIÓN EN NIEBLA SALINA.....	88
7.2.1.	Preparación de las muestras .....	88
7.2.2.	Procedimiento experimental.....	88



7.2.3. Análisis de las muestras ..... 92

7.2.4. Resultados ..... 93

8. CONCLUSIONES ..... 94

9. TRABAJOS FUTUROS..... 95

10. AGRADECIMIENTOS..... 96

11. BIBLIOGRAFÍA..... 97

## ÍNDICE DE FIGURAS

<i>Imagen 1: Representación de la estructura FCC del cobre, celda vista de frontal y de lateral [1] .....</i>	<i>10</i>
<i>Imagen 2: Espacios tetragonales en la estructura FCC del cobre, vista frontal y vista lateral. [1] .....</i>	<i>10</i>
<i>Imagen 3: Diagrama Cu-Al [3].....</i>	<i>11</i>
<i>Imagen 4: Diagramas de fase de equilibrio para aleaciones de cobre y aluminio con porcentajes de hierro y níquel. [4].....</i>	<i>12</i>
<i>Imagen 5: Esquema de las microestructuras formadas en una aleación NAB [7] [8].....</i>	<i>14</i>
<i>Imagen 6: Secuencia de transformación durante enfriamiento en equilibrio de la aleación NAB Cu-9Al-5Ni-4Fe [6].....</i>	<i>15</i>
<i>Imagen 7: Estructura Cristalina Fe<sub>3</sub>Al [11].....</i>	<i>18</i>
<i>Imagen 8: Estructura cristalina NiAl [11].....</i>	<i>18</i>
<i>Imagen 9: Esquema de los procesos iniciales de corrosión [22] .....</i>	<i>24</i>
<i>Imagen 10: Esquema de corrosión de un NAB bajo inmersión de agua marina [22] .....</i>	<i>25</i>
<i>Imagen 11: Comparación de densidades entre muestras .....</i>	<i>29</i>
<i>Imagen 12: Bruto de las muestras.....</i>	<i>30</i>
<i>Imagen 13: Encapsuladora de resina .....</i>	<i>31</i>
<i>Imagen 14: Muestras metalográficas encapsuladas.....</i>	<i>32</i>
<i>Imagen 15: Vista de la huella tras la indentación en la muestra en bruto .....</i>	<i>32</i>
<i>Imagen 16: Pulidora utilizada.....</i>	<i>33</i>
<i>Imagen 17: Paños abrasivos: a) Aka-Piatto 220, b) Aka-Allegran 3, c) Aka-Napal .....</i>	<i>34</i>
<i>Imagen 18: Muestra encapsulada y pulida .....</i>	<i>34</i>
<i>Imagen 19: Muestra atacada .....</i>	<i>35</i>
<i>Imagen 20: Microscopio óptico Olympus BX60M.....</i>	<i>36</i>
<i>Imagen 21: Imágenes de la muestra A1 en microscopio óptico, microestructura, aumento 500x .....</i>	<i>37</i>
<i>Imagen 22: Muestra A1 en microscopio óptico, aumento 1000x .....</i>	<i>38</i>
<i>Imagen 23: Imagen procesada de la muestra A1 para el porcentaje de fases e intermetálicos .....</i>	<i>39</i>
<i>Imagen 24: Imágenes de la muestra A2 en microscopio óptico, microestructura, aumento 500x .....</i>	<i>40</i>
<i>Imagen 25: Muestra A2 en microscopio óptico, aumento 1000x .....</i>	<i>41</i>
<i>Imagen 26: Imagen procesada de la muestra A2 para el porcentaje de fases e intermetálicos .....</i>	<i>42</i>
<i>Imagen 27: Imágenes de la muestra A3 en microscopio óptico, microestructura, aumento 500x .....</i>	<i>43</i>
<i>Imagen 28: Muestra A3 en microscopio óptico, aumento 1000x .....</i>	<i>44</i>
<i>Imagen 29: Imagen procesada de la muestra A3 para el porcentaje de fases e intermetálicos .....</i>	<i>45</i>
<i>Imagen 30: Imágenes de la muestra B1 en microscopio óptico, microestructura, aumento 500x.....</i>	<i>46</i>
<i>Imagen 31: Muestra B1 en microscopio óptico, aumento 1000x .....</i>	<i>47</i>
<i>Imagen 32: Imagen procesada de la muestra B1 para el porcentaje de fases e intermetálicos .....</i>	<i>48</i>
<i>Imagen 33: Imágenes de la muestra B2 en microscopio óptico, microestructura, aumento 500x.....</i>	<i>49</i>
<i>Imagen 34: Muestra B2 en microscopio óptico, aumento 1000x .....</i>	<i>50</i>
<i>Imagen 35: Imagen procesada de la muestra B2 para el porcentaje de fases e intermetálicos .....</i>	<i>51</i>
<i>Imagen 36: Imágenes de la muestra B3 en microscopio óptico, microestructura, aumento 500x.....</i>	<i>52</i>
<i>Imagen 37: Muestra B3 en microscopio óptico, aumento 1000x .....</i>	<i>53</i>
<i>Imagen 38: Imagen procesada de la muestra B3 para el porcentaje de fases e intermetálicos .....</i>	<i>54</i>
<i>Imagen 39: Gráfica comparativa de fases.....</i>	<i>55</i>
<i>Imagen 40: Indentador de micro dureza Mitutoyo MicroWiZard.....</i>	<i>56</i>
<i>Imagen 41: Durómetro Centaur rb 2 .....</i>	<i>58</i>
<i>Imagen 42: Instron Wolpert Testor 930/250 .....</i>	<i>59</i>

<i>Imagen 43: Límites para la comparación entre durezas HRB y Vickers .....</i>	<i>61</i>
<i>Imagen 44: Durezas Vickers obtenidas.....</i>	<i>62</i>
<i>Imagen 45: Comparativa de durezas según tratamientos .....</i>	<i>63</i>
<i>Imagen 46: Tribómetro utilizado .....</i>	<i>64</i>
<i>Imagen 47: Fresado de una de las caras de una muestra en una fresadora manual Kondia .....</i>	<i>65</i>
<i>Imagen 48: Detalle del tribómetro en funcionamiento .....</i>	<i>66</i>
<i>Imagen 49: Detalle de la muestra A1 tras el ensayo, a) fotografía, b) microscopio óptico.....</i>	<i>67</i>
<i>Imagen 50: Detalle de la muestra A2 tras el ensayo, a) fotografía ensayos 1 y 2, b) fotografía ensayo 3</i>	<i>67</i>
<i>Imagen 51: Detalle de la muestra A2 tras el ensayo en el microscopio óptico, a) ensayos 1 y 2, b) ensayo 3 .....</i>	<i>68</i>
<i>Imagen 52: Detalle de la muestra A3 tras el ensayo, a) fotografía, b) microscopio óptico.....</i>	<i>68</i>
<i>Imagen 53: Detalle de la muestra B1 tras el ensayo, a) fotografía, b) microscopio óptico.....</i>	<i>69</i>
<i>Imagen 54: Detalle de la muestra B2 tras el ensayo, a) ensayos 1,2 y 3, b) ensayo 4 R = 8mm .....</i>	<i>69</i>
<i>Imagen 55: Detalle de la muestra B2 tras el ensayo en el microscopio óptico, a) ensayos 1,2 y 3, b) ensayo 4 R = 8mm.....</i>	<i>70</i>
<i>Imagen 56: Detalle de la muestra B3 tras el ensayo, a) ensayos 1 y 2, b) ensayo 3 R = 10mm .....</i>	<i>70</i>
<i>Imagen 57: Detalle de la muestra B3 tras el ensayo en el microscopio óptico, a) ensayos 1y 2, b) ensayo 3 R = 10mm.....</i>	<i>71</i>
<i>Imagen 58: Gráfica obtenida de un ensayo de tribología .....</i>	<i>72</i>
<i>Imagen 59: Gráfica procesada de un ensayo de tribología .....</i>	<i>73</i>
<i>Imagen 60: Gráfica de la muestra A1 con radio 8mm (a) y radio 10mm (b).....</i>	<i>73</i>
<i>Imagen 61: Gráfica de la muestra A2 con radio 8mm (a) y radio 10mm (b).....</i>	<i>74</i>
<i>Imagen 62: Gráfica de la muestra A3 con radio 8mm (a) y radio 10mm (b).....</i>	<i>74</i>
<i>Imagen 63: Gráfica de la muestra B1 con radio 8mm (a) y radio 10mm (b) .....</i>	<i>74</i>
<i>Imagen 64: Gráfica de la muestra B2 con radio 8mm (a) y radio 10mm (b) .....</i>	<i>74</i>
<i>Imagen 65: Gráfica de la muestra B3 con radio 8mm (a) y radio 10mm (b) .....</i>	<i>75</i>
<i>Imagen 66: Medición de la anchura de las huellas tribológicas .....</i>	<i>76</i>
<i>Imagen 67: Volumen perdido en los ensayos de R=10mm .....</i>	<i>78</i>
<i>Imagen 68: Volumen perdido en los ensayos de R=8mm .....</i>	<i>78</i>
<i>Imagen 69: Tasa de desgaste de los ensayos tribológicos .....</i>	<i>79</i>
<i>Imagen 70: Balanza XPE Mettler Toledo .....</i>	<i>80</i>
<i>Imagen 71: Cloruro sódico utilizado para la disolución.....</i>	<i>81</i>
<i>Imagen 72: Muestra correspondiente a la aleación A3.....</i>	<i>83</i>
<i>Imagen 73: Muestras tras el ensayo de inmersión, aleación A .....</i>	<i>83</i>
<i>Imagen 74: Muestra correspondiente a la aleación B2.....</i>	<i>84</i>
<i>Imagen 75: Muestras tras el ensayo de inmersión, aleación B .....</i>	<i>84</i>
<i>Imagen 76: Muestra en la disolución de HCl para la eliminación de los óxidos .....</i>	<i>85</i>
<i>Imagen 77: Comparación de pérdida de masa.....</i>	<i>87</i>
<i>Imagen 78: Cámara de niebla salina CCI .....</i>	<i>88</i>
<i>Imagen 79: Muestras de la aleación C95400 tras el ensayo de niebla salina .....</i>	<i>89</i>
<i>Imagen 80: Muestras de la aleación C95500 tras el ensayo de niebla salina .....</i>	<i>89</i>
<i>Imagen 81: Sierra de corte lento Isomet Buehler .....</i>	<i>90</i>
<i>Imagen 82: Muestra oxidada cortada .....</i>	<i>90</i>
<i>Imagen 83: Muestras tras ser encapsuladas .....</i>	<i>91</i>
<i>Imagen 84: Muestra A1 tras niebla salina y corte transversal .....</i>	<i>92</i>
<i>Imagen 85: Muestra A3 tras niebla salina y corte transversal .....</i>	<i>92</i>

## ÍNDICE DE TABLAS

<i>Tabla 1: Composición de las fases de un NAB [10]</i> .....	17
<i>Tabla 2: Denominación de las muestras proporcionadas</i> .....	26
<i>Tabla 3: Equivalencias de la aleación C95400</i> .....	27
<i>Tabla 4: Composición de las muestras de la aleación C95400 (proporcionado por Wisco)</i> .....	27
<i>Tabla 5: Propiedades mecánicas de la aleación C95400</i> .....	27
<i>Tabla 6: Propiedades físicas de la aleación C95400</i> .....	27
<i>Tabla 7: Equivalencias de la aleación C95500</i> .....	28
<i>Tabla 8: Composición de las muestras de la aleación C95500 (proporcionado por Wisco)</i> .....	28
<i>Tabla 9: Propiedades mecánicas de la aleación C95500</i> .....	28
<i>Tabla 10: Propiedades físicas de la aleación C95500</i> .....	28
<i>Tabla 11: Resultados para los porcentajes de fases e intermetálicos de la muestra A1</i> .....	39
<i>Tabla 12: Resultados para los porcentajes de fases e intermetálicos de la muestra A2</i> .....	42
<i>Tabla 13: Resultados para los porcentajes de fases e intermetálicos de la muestra A3</i> .....	45
<i>Tabla 14: Resultados para los porcentajes de fases e intermetálicos de la muestra B1</i> .....	48
<i>Tabla 15: Resultados para los porcentajes de fases e intermetálicos de la muestra B2</i> .....	51
<i>Tabla 16: Resultados para los porcentajes de fases e intermetálicos de la muestra B3</i> .....	54
<i>Tabla 17: Comparativa de fases</i> .....	55
<i>Tabla 18: Resultados de la Microindentación Vickers</i> .....	57
<i>Tabla 19: Resultados de la Indentación Rockwell bola</i> .....	58
<i>Tabla 20: Resultados de la Indentación Vickers</i> .....	60
<i>Tabla 21: Datos obtenidos de los ensayos tribológicos, aleación A</i> .....	77
<i>Tabla 22: Datos obtenidos de los ensayos tribológicos, aleación B</i> .....	77
<i>Tabla 23: Tabla de densidades y pesos de las muestras de la aleación A</i> .....	86
<i>Tabla 24: Tabla de densidades y pesos de las muestras de la aleación B</i> .....	86

## PALABRAS CLAVE

Tratamientos térmicos, microestructura bronce NAB, corrosión bronce NAB, tribómetro

### 1. INTRODUCCIÓN

Debido a las continuas labores de investigación, la Ciencia de Materiales avanza continuamente, sin embargo, hay materiales que, por su naturaleza, son los utilizados en ciertas aplicaciones concretas. Es el caso de los bronce nickel-aluminium bronze (NAB), los cuales, por su gran resistencia a corrosión y sus características mecánicas, se han utilizado en aplicaciones marinas, en las que se requieren materiales que aguanten las sollicitaciones mecánicas.

Esta familia de bronce son aleaciones base cobre, aleadas con níquel, que aporta mejor comportamiento a corrosión y con aluminio, el cual confiere mayor elasticidad y resistencia a tracción. Además de estos elementos principales, los cuales dan nombre a la familia de aleaciones, también se encuentra presente el hierro, elemento muy importante, ya que, junto con el níquel, forma precipitados que alteran las propiedades mecánicas de la aleación. Además, debido a que poseen una estructura martensítica, similar a la de los aceros, es posible hacer uso de los tratamientos térmicos, con el fin de realizar cambios estructurales y por ende, alterar las propiedades mecánicas del material.

La redacción de este texto se justifica al estudio de muestras de aleaciones NAB, las cuales, han sido proporcionadas por la empresa Wisco, en Betelu, Navarra. Tres de las muestras son de la aleación C95400, cada una de ellas con un tratamiento térmico diferente y otras tres muestras de la aleación W-AlNi, equivalente a la aleación C95500, las cuales han recibido los mismos tratamientos térmicos.

El estudio centrará en mostrar las diferencias que provoca la variación de níquel en las aleaciones, además de ver el efecto de este cambio cuando se realizan diferentes tratamientos térmicos.

## 2. ESTADO DEL ARTE

### 2.1. El cobre y sus aleaciones

El cobre ha sido y sigue siendo un elemento muy importante en la historia de la humanidad. Junto con el hierro de los meteoritos se utilizaba para la realización de herramientas, ya que era posible encontrarlo fácilmente en la naturaleza. Posteriormente, aleado con estaño proporcionó un metal más duro, el bronce, que revolucionó la historia, dando lugar a la Edad de Bronce.

Con los avances tecnológicos y el desarrollo de la metalurgia del acero su protagonismo fue decayendo, hasta que en el siglo XIX volvió a ganar protagonismo, debido a la invención del generador eléctrico, ya que el cobre es un gran conductor eléctrico. Gracias a ello, actualmente, junto con el hierro y el aluminio es uno de los metales más utilizados en el mundo.

Además de sus cualidades como conductor eléctrico, el cuál es el mejor después de la plata, también posee buena conductividad térmica, gran ductilidad y maleabilidad, gran resistencia a corrosión y, además, tiene cualidades de bactericida.

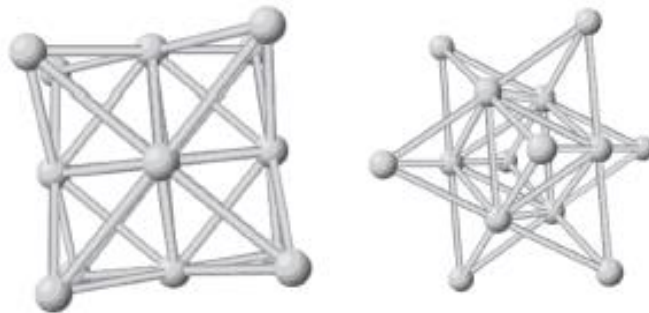
Es posible mejorar sus características mecánicas además de potenciar sus otras cualidades con la adición de otros metales a la aleación. Existen gran cantidad de aleaciones de base cobre. Se encuentran los bronce ya mencionados, resultado de la fusión de cobre y estaño, los latones, formados por cobre y zinc, de aplicaciones mayoritariamente decorativas y en algún caso de baja fricción, aleaciones de cobre y níquel, especialmente utilizadas para la realización de monedas y aleaciones de cobre plomo, utilizadas para aplicaciones que requieran de un material autolubricante.

## 2.2. Influencia de los elementos químicos en la aleación

### 2.2.1. Cobre

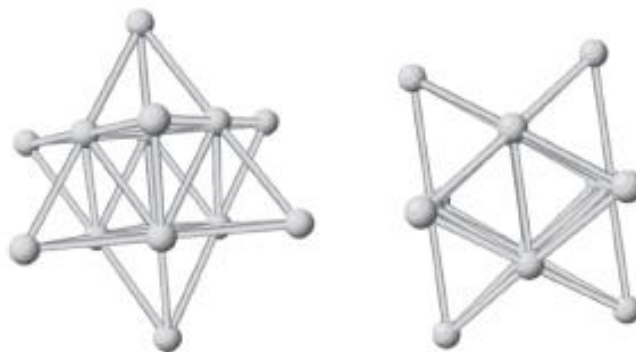
El cobre es el elemento principal de las aleaciones NAB, con un porcentaje superior al 75%. En estado puro, su estructura metalográfica es cúbica centrada en las caras (FCC) con unos parámetros de red de  $a=b=c$  con valor de 3.6151 Å y  $\beta=90^\circ$  [1].

En la Imagen 1 se muestra la estructura FCC del cobre.



*Imagen 1: Representación de la estructura FCC del cobre, celda vista de frontal y de lateral [1]*

En la Imagen 2 se muestran los huecos tetragonales de la estructura FCC del cobre.



*Imagen 2: Espacios tetragonales en la estructura FCC del cobre, vista frontal y vista lateral. [1]*

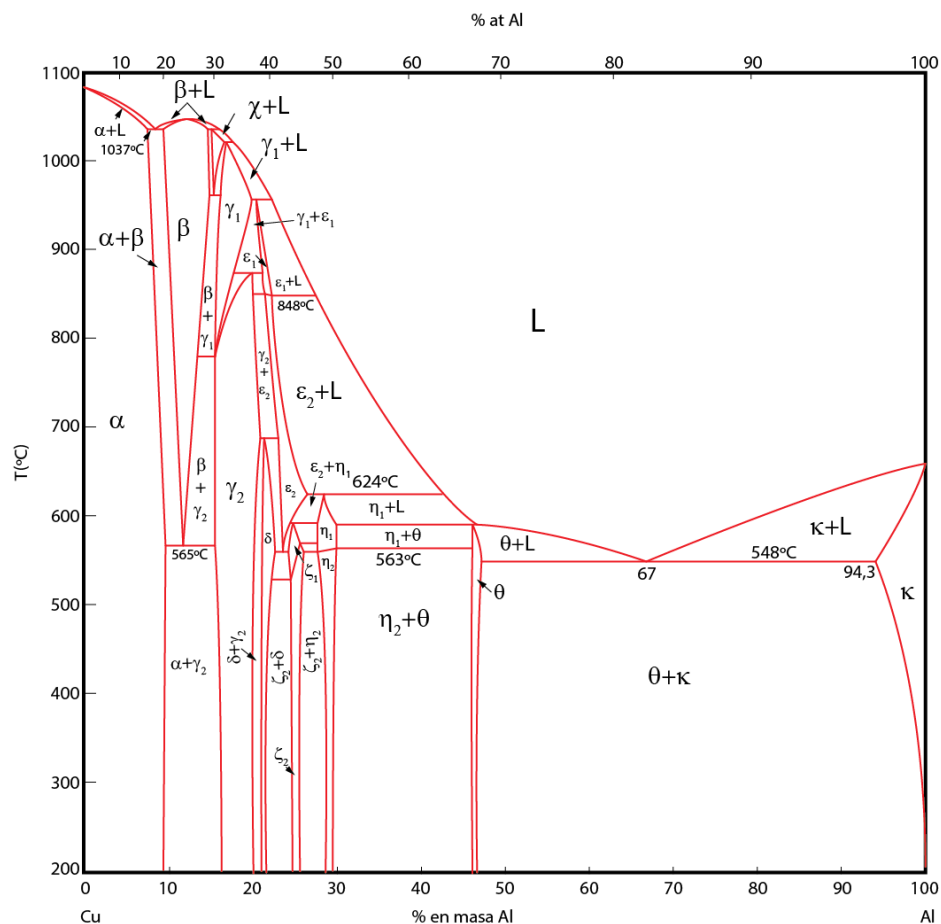
### 2.2.2. Aluminio

El aluminio es el elemento con mayor proporción en la aleación tras el cobre. Su composición para la familia de aleaciones NAB oscila entre el 8-13% en peso, ya que para concentraciones inferiores al 8%, las aleaciones presentan una microestructura  $\alpha$  y para concentraciones del 8-12% aparece la fase  $\beta$ .

Variando su porcentaje en la aleación se pueden obtener valores de dureza con un rango de 30-44 HRC. Cabe destacar que para una dureza alta, su ductilidad se reduce hasta valores del 1%, por lo que su uso se centrará en aplicaciones en las que se evite el desgaste.

La cantidad de aluminio en la aleación influye en la resistencia a la corrosión significativamente, ya que al oxidarse forma una capa de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pasiva, densa y estable. [2]

A continuación en la *Imagen 3* se muestra el diagrama cobre aluminio. En el se aprecia la complejidad de este tipo de aleaciones, con multitud de fases. En el caso de este trabajo la zona de interés se encuentra entre el 0 y el 15% del porcentaje en masa de aluminio, en el que se pueden ver presentes las fases  $\alpha$  y  $\beta$ , de gran interés como se verá más adelante.



*Imagen 3: Diagrama Cu-Al [3]*



### 2.2.3. Níquel

El porcentaje en peso de níquel oscila entre el 1-7%. Este elemento se disuelve en el cobre con mayor facilidad en proporciones más bajas y se suele agregar junto al hierro.

Su presencia mejora la resistencia a la corrosión, además de aumentar su resistencia mecánica, debido a que mejora la solubilidad del hierro en la aleación. También mejora en gran medida la resistencia a la erosión en flujos de agua a gran velocidad, por lo que se puede encontrar en aplicaciones como las de las turbinas de los barcos.

A continuación, en la Imagen 4, se pueden observar los diagramas de fase de aleaciones bronce aluminio con diferentes porcentajes de níquel. En la Imagen 4 b) se observa el efecto que realiza la presencia de níquel y hierro, provocando la aparición de las fases  $\kappa$ , las cuáles son de gran interés, además de modificar severamente el campo de la fase  $\alpha$  y el de las fases  $\alpha + \beta$ .

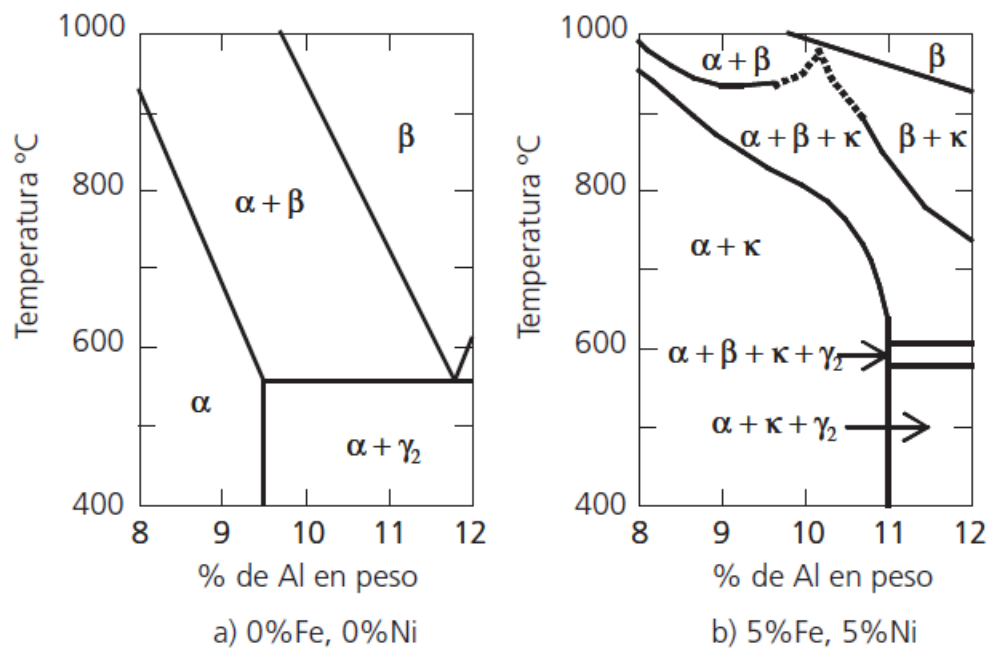


Imagen 4: Diagramas de fase de equilibrio para aleaciones de cobre y aluminio con porcentajes de hierro y níquel. [4]

#### 2.2.4. Hierro

El hierro es el elemento más importante en la aleación tras el cobre y el aluminio, ya que, combinado con el níquel provoca la aparición de precipitados, sin embargo, excesivo hierro provocaría una reducción de la ductilidad de la muestra debido a un exceso de los mismos. A baja temperaturas su solubilidad en la aleación es baja, del 0.5-1%. Produce un afinamiento del grano en la aleación, por lo que gracias a esto generalmente también mejora las propiedades mecánicas.

Otro de los efectos importantes es que junto al níquel evita la formación del eutectoide  $\gamma_2$ , procedente de la transformación de la fase  $\beta$ , lo cual induce a la fragilidad de la aleación [5]. Se evita la formación del eutectoide debido a que altera el gráfico de fases haciendo más grande el campo  $\alpha$  de fase FCC, suprimiendo la franja de  $\gamma_2$ , la cual aparece en aleaciones bifásicas [6].

#### 2.2.5. Otros aleantes

Además de los elementos vistos anteriormente, es muy común encontrar otro tipo de aleantes, los cuales estarán presentes en la aleación según las características deseadas de la misma. Su concentración es menor a la de los elementos principales, sin embargo, afecta a las características. A continuación, se mencionan los posibles metales que se pueden encontrar.

- Manganeso: presente se utiliza para mejorar el proceso de fabricación de la aleación, pues ayuda a que se adquiera un mayor grado de colabilidad.
- Plomo: mejora el comportamiento a fricción, pero debilita en gran medida las propiedades mecánicas de la aleación.
- Titanio: presente en pequeñas cantidades mejora las propiedades mecánicas, además de mejorar el comportamiento a corrosión.

Otros elementos que también pueden estar presentes son el estaño, zinc y silicio.

### 2.3. Microestructura de los NAB

Es bien sabido que las aleaciones NAB están formadas por varios tipos de fases. La matriz de la aleación está formada por las fases  $\alpha$  y  $\beta$  y sobre ellas crecen las diferentes fases  $\kappa$ . Existen 4 tipos de fases  $\kappa$ , sin embargo, esto no implica que siempre estén presentes las 4 fases kappa al mismo tiempo.

La presencia de las fases también indica la velocidad con la que se ha enfriado la aleación o si se le han realizado tratamientos térmicos, ya que este tipo de aleaciones recuerda a las aleaciones de acero al carbono, pues se pueden llevar a cabo temple, tal como se ha comentado anteriormente.

En la Imagen 5 se ilustran los diferentes tipos de fases, siendo la fase  $\beta$  la señalada como martensita. La fase  $\alpha$ , que no está indicada, es la que forma la matriz. También se muestran los precipitados intermetálicos o fases  $\kappa$ , las cuales se verán en detalle más adelante.

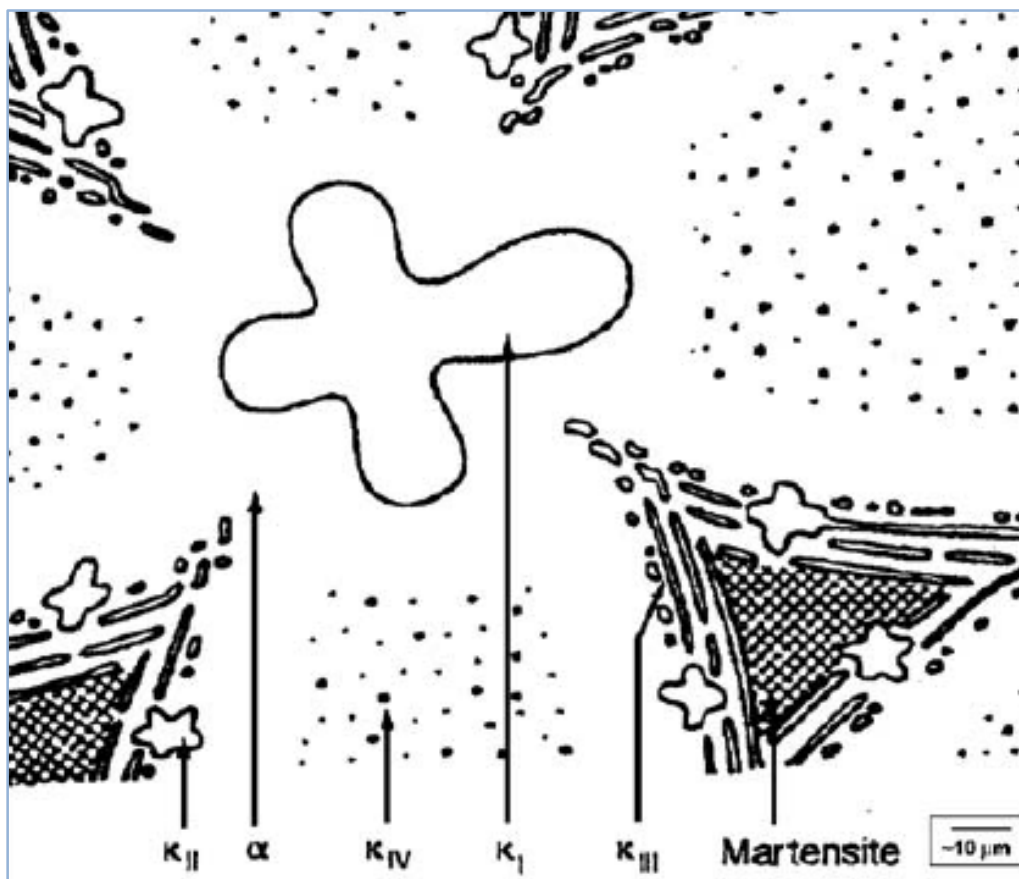


Imagen 5: Esquema de las microestructuras formadas en una aleación NAB [7] [8]

### 2.3.1. Formación

A continuación, en la Imagen 6, se muestra la formación de las diferentes fases de una aleación NAB. Se parte de la propia aleación fundida, sobre unos 1030°C. Se tomará esta referencia para la explicación, pero cabe destacar que la temperatura de fusión varía para cada aleación.

La formación y transformación de las diferentes fases también se verá afectada por la velocidad de enfriamiento del material y por los tratamientos que se le pueden dar a tras la solidificación.

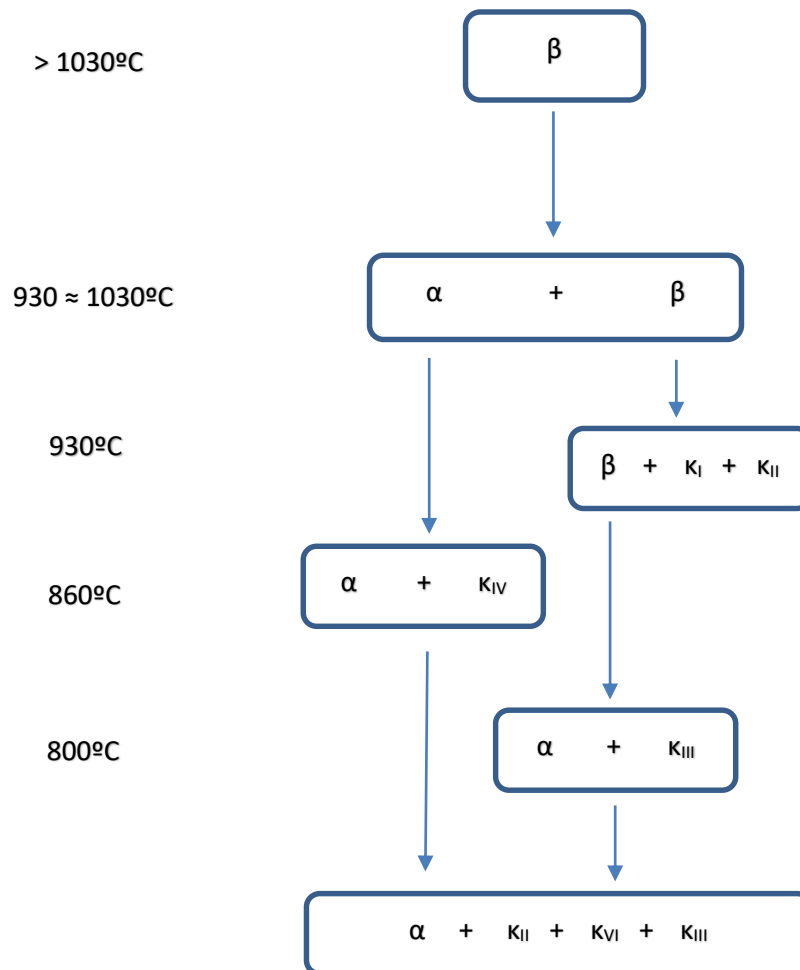


Imagen 6: Secuencia de transformación durante enfriamiento en equilibrio de la aleación NAB Cu-9Al-5Ni-4Fe [6]

Partiendo de la aleación con una temperatura por encima del punto de fusión la estructura permanece completamente en fase  $\beta$ . Por debajo de la temperatura de fusión, a unos 1030°C, se comienza a formar la fase primaria  $\alpha$  a partir de la fase  $\beta$ . La morfología de las estructuras adquiere la forma de Widmanstätten [6].

A partir de los 930°C se produce la nucleación globular  $\kappa$ , basada en  $\text{Fe}_3\text{Al}$ . La fase con forma globular o de roseta es denominada  $\kappa_I$ , la cual crece antes o después de la nucleación de la fase  $\alpha$  [9], mientras que la  $\kappa_{II}$  posee una forma de dendrita o esferoidal y crece entre los límites de las fases  $\alpha$  y  $\beta$ .

Sobre los 860°C la solubilidad del Fe en la fase  $\alpha$  decrece, por lo que comienza a precipitar una nueva fase. Esta es llamada  $\kappa_{IV}$  y está basada, al igual que  $\kappa_I$  y  $\kappa_{II}$  en  $\text{Fe}_3\text{Al}$ . No tiene ninguna forma geométrica característica, sin embargo, se aprecia fácilmente ya que precipita en nubes de puntos dentro de la fase  $\alpha$  [9].

El resto de fase  $\beta$  que se descompone, lo hace a aproximadamente 800°C en una fase rica en níquel,  $\kappa_{III}$ . Esta es la única de las fases que se basa en  $\text{NiAl}$ . Presenta una forma fibrilar alrededor de  $\kappa_I$  [6].

Una vez solidificado, el remanente de fase  $\beta$  que no ha transformado pasa a ser una fase denominada  $\beta'$ , ya que se convierte en una fase martensítica metaestable, con estructura CCC desordenada.

Es posible que en el enfriamiento de la aleación se dé la posibilidad de la formación de la fase  $\alpha + \gamma_2$ . La fase  $\gamma_2$  reduce la ductilidad de la aleación y provoca una debilidad a corrosión en la aleación, pues su potencial de corrosión es menor. Es por ello que se evitará su formación con aleantes como el manganeso, aunque el níquel y el hierro también contribuyen a retardar su aparición.

### 2.3.2. Composición química

Las fases  $\alpha$  y  $\beta$  de las aleaciones NAB están basadas principalmente en cobre y aluminio. Las dos tienen una composición similar, sin embargo, la fase  $\alpha$  posee mayor porcentaje de níquel y de hierro y un menor porcentaje de aluminio.

La composición química de las fases encontradas en los NAB varía según la bibliografía en la que se consulte, no obstante, en la Tabla 1 se muestran los datos obtenidos de una de estas aleaciones.

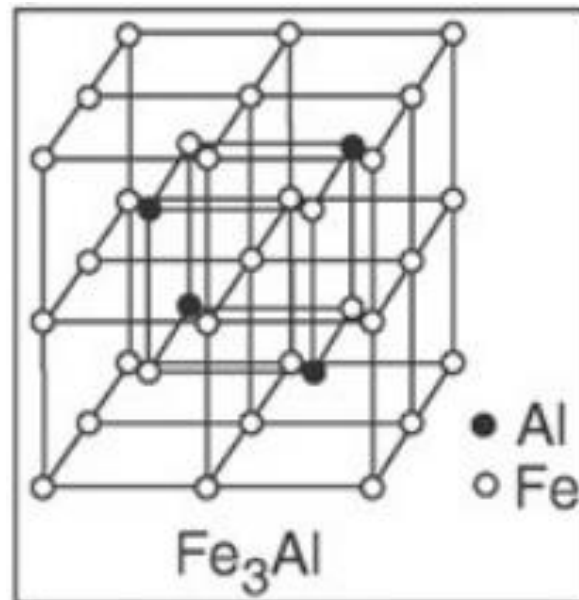
Fase	Componentes de la aleación (% peso)				
	Al	Mn	Fe	Ni	Cu
$\alpha$	7,90	0,20	2,58	2,91	86,41
$\beta$	8,51	0,52	2,20	2,58	86,19
$\kappa_I$	17,35	1,25	35,69	18,07	27,64
$\kappa_{II}$	19,09	0,93	26,6	26,04	27,34
$\kappa_{III}$	18,87	0,45	12,86	26,80	41,03
$\kappa_{IV}$	8,12	0,84	42,70	35,32	13,01

Tabla 1: Composición de las fases de un NAB [10]

Tal como se muestra en la Imagen 4, en las aleaciones con un porcentaje de aluminio inferior al 8% solamente se encuentra la fase  $\alpha$ . A partir de esta concentración aparece la fase  $\beta$ , dándose una coexistencia de las dos fases hasta un porcentaje de aluminio superior al 12%, en el cuál aparece únicamente fase  $\beta$ .

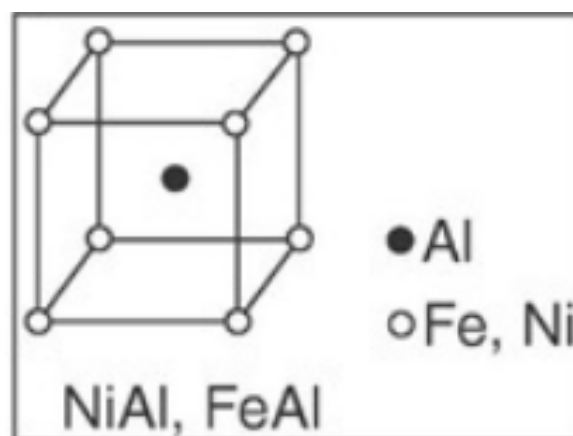
La Imagen 4 también muestra la aparición de la fase  $\alpha + \gamma_2$  hacia los 565°C, sin embargo, con la adición de hierro y níquel en la composición se observa como la zona de aparición de dicha fase se ve muy reducida y desplazada hacia la derecha, apareciendo con porcentajes de aluminio superiores al 11%. Además, debido al hierro y el níquel también aparecen las fases kappa.

En cuanto a las fases kappa, la  $\kappa_I$ ,  $\kappa_{II}$  y  $\kappa_{IV}$  poseen sus formas características descritas anteriormente y están compuestas de gran cantidad de hierro, ya que están basadas en la estructura  $Fe_3Al$ , la cual se puede observar en la Imagen 7.



*Imagen 7: Estructura Cristalina  $Fe_3Al$  [11]*

La fase  $\kappa_{III}$  no contiene tanta cantidad de hierro como las otras fases kappa, esto es debido a que su estructura de formación es la del componente  $NiAl$ , el cual se puede ver reflejado en la Imagen 8.



*Imagen 8: Estructura cristalina  $NiAl$  [11]*

## 2.4. Posibles tratamientos térmicos y físicos

### 2.4.1. Temple

En las aleaciones NAB, los temple se pueden realizar desde diferentes temperaturas según las propiedades finales deseadas. Para realizar este tratamiento las temperaturas típicas oscilan entre los 800-900°C para una aleación con porcentaje de aluminio entre el 8-10% del peso. Por encima de esta temperatura se consigue una alta concentración de fase  $\beta$ , la cual si se enfría rápidamente quedará retenida en una estructura martensítica, dando lugar a la presencia de fase  $\beta'$ . Dependiendo de lo rápido que se realice el enfriamiento influirá en la cantidad de martensita, ya que la fase  $\beta$  tenderá a descomponerse en fase  $\alpha + \gamma_2$ . Cabe destacar que por encima de los 800°C la velocidad del crecimiento de grano aumenta significativamente, aunque el hierro y el níquel minimicen este efecto.

### 2.4.2. Revenido

El tratamiento de revenido es complementario al proceso de temple. El tratamiento se debe realizar a temperaturas menores a la eutectoide. Los cambios que se produzcan en la microestructura dependen de la temperatura alcanzada, del tiempo que permanezca a esa temperatura, de la composición de la aleación y de la velocidad de enfriamiento. El revenido provoca que el material tenga alta dureza y alta tenacidad.

Los valores de temperatura oscilan para la realización de este tratamiento, variando entre los 700-400°C. Cuanto mayor sea la temperatura y menor sea la velocidad de enfriamiento se provocará una alteración mayor de la microestructura que si el tratamiento se lleva a cabo con una temperatura más baja, ya que la velocidad de precipitación del material también será menor en este último caso. Por el contrario, si se realiza revenido a temperatura elevada y el enfriamiento es rápido se suele encontrar fase  $\beta'$  retenida [12].

### 2.4.3. Recocido

Durante el recocido, se produce una recristalización estática discontinua. La fase  $\beta'$  desaparece gradualmente, la fase  $\kappa$  fina se precipita con el aumento del tiempo de recocido, y la microdureza de la aleación NAB disminuye. La disminución gradual de la microdureza se atribuye principalmente a la disminución de la densidad de dislocación y la fase  $\beta'$ , la cual acompaña al engrosamiento del grano recristalizado [13].

Con el fin de evitar la corrosión selectiva de fases, es común realizar un recocido sobre los 675°C durante unas 2-6 horas [9].



#### 2.4.4. Envejecido

Con el tratamiento de envejecido se busca conseguir un aumento de las propiedades mecánicas de la aleación debido a la precipitación de intermetálicos en la matriz, los cuales generalmente aumentan la dureza del conjunto. El envejecimiento se realiza a temperaturas relativamente bajas para evitar el crecimiento de grano.

La ventaja del envejecido es que la fase  $\kappa$  precipitada durante el proceso es más fina que la precipitada en otros procesos. Con el incremento de la temperatura de envejecido, la fracción de volumen de la fase  $\beta'$  decrece para descomponerse en las fases  $\alpha$  y  $\kappa_{II}$ . Generalmente la cantidad de precipitados finos aumenta con unas temperaturas de envejecido altas [14].

#### 2.4.5. Otros tratamientos

Además de los tratamientos ya citados, los cuales son los más comunes, existen gran cantidad de tratamientos, los cuales buscan mejorar las capacidades del material. A continuación se mencionan algunos de ellos.

En cuanto a tratamientos físicos se puede realizar *shot peening*. Este proceso consiste en tensionar la capa externa del material mediante bombardeo de partículas para conseguir mejorar las características tribológicas, homogeneizar la microestructura, aumentar la resistencia a fatiga y mejorar la resistencia a picadura [15].

Otro de los procesos físicos es el friction stir process, tratamiento que realiza una deformación plástica sobre el material, alterando sus características. Normalmente se lleva a cabo mediante la aplicación de presión con una herramienta. El FSP aumenta la dureza de la superficie en comparación con la superficie de fundición, ya que constituye una estructura de grano refinada [16].

También es posible mejorar la resistencia a corrosión mediante la implantación de iones de cromo, los cuales evitan la corrosión selectiva de fases gracias a la creación de una capa de óxidos de cromo [17].

Otro de los posibles tratamientos a realizar consiste en el uso de ultrasonidos en el proceso de solidificación. Con ello se consigue tanto refinar el tamaño de grano como aumentar la dureza [18].

## 2.5. Tribología

La tribología es un término relativamente nuevo, ya que anteriormente se hacía referencia a la lubricación o a la ingeniería de lubricación. La definición de tribología corresponde a la ciencia que estudia la fricción y los efectos de ésta, la cual busca reducir los efectos del desgaste. Estos efectos se pueden evitar con factores de lubricación, diseño, condiciones de operación y el medio en el que se exponen.

En aplicaciones en las que no se encuentra una lubricación por un medio externo, la tribología va fuertemente asociada con la oxidación, ya que se provoca un efecto conjunto de desprendimiento de material por desgaste, el cual está debilitado por la oxidación. Es el fenómeno de la tribocorrosión. Se encuentran numerosos estudios de este efecto en los bronce NAB debido a sus aplicaciones, ya que se les exige alta resistencia a la corrosión y al desgaste. Es por ello que varios métodos son utilizados para mejorar el comportamiento tribológico de las aleaciones. Las cantidades relativas de fases y el tamaño de grano correspondiente a los parámetros del tratamiento térmico pueden influir en las propiedades de desgaste de la aleación [19]. Los métodos utilizados buscan el refuerzo de partículas duras y el refinamiento de los granos [16], sin embargo, también se han obtenido conclusiones de que un tamaño de grano más grande es beneficioso para la reducción del coeficiente de fricción en el caso de la adición de  $Ti_3SiC_2$  [20].

Para poder cuantificar el desgaste se recurren a varios parámetros típicos, presentes en la normativa internacional. La norma G 99 – 95A, para ensayos de tipo tribológico muestra los parámetros más importantes.

Uno de los resultados que se obtienen de este tipo de ensayos es el volumen perdido, el cual hay varias maneras de calcular, ya sea con pesadas de la muestra antes y después del ensayo, o por la ecuación que se muestra en la citada norma, Ecuación 1, la cual calcula el volumen perdido aproximado de la muestra tribológica:

$$\text{Volumen perdido} = \frac{\pi \cdot (\text{radio de desgaste de la huella}) \cdot (\text{anchura de la huella})^3}{6 \cdot (\text{radio de la esfera})} \quad (1)$$

*Ecuación 1: Volumen perdido aproximado en ensayos tribológicos [21]*

Donde:

- Volumen perdido,  $mm^3$
- Anchura de la huella, mm
- Radio de la esfera, mm

La Ecuación 1 es una aproximación de la realidad. Se asume que solamente se encuentra desgaste en la muestra, en el pin (esfera de contacto con la muestra) no hay desgaste. Para una relación de ancho de la muestra entre el radio de la esfera  $<0.3$  se asume un error del 1%.

El cálculo exacto del volumen perdido se realiza utilizando la Ecuación 2, que se muestra a continuación:

$$Volumen\ perdido\ en\ la\ muestra = 2\pi R[r^2 \sin^{-1}(d/2r) - (d/4)(4r^2 - d^2)^{1/2}] \quad (2)$$

*Ecuación 2: Volumen perdido en ensayos tribológicos [21]*

Donde los parámetros son los siguientes:

- R = radio de la huella de desgaste, mm
- r = radio del pin (asumiendo que no hay desgaste en el pin), mm
- d = anchura de la huella de desgaste, mm

La tasa de desgaste también se calcula, dada por la Ecuación 3:

$$Tasa\ de\ desgaste = \frac{V}{L \cdot F}$$

*Ecuación 3: Tasa de desgaste [21]*

Donde:

- V = volumen (mm<sup>3</sup>)
- L = distancia recorrida (metros)
- F = Fuerza normal aplicada (N)

## 2.6. Resistencia a corrosión

Las aleaciones de NAB poseen una gran resistencia a corrosión debido a la capa de óxidos que forman, la cual está basada en gran parte por óxidos de cobre ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ) y de aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), aunque también se encuentran óxidos de hierro y níquel, los cuales se forman después de tiempos de exposición más largos en el agua de mar. Su espesor oscila entre 900 a 1000nm y tiene capacidad de auto reparación.

La capa de óxido se encuentra segmentada en dos partes principales, es rica en aluminio cerca del metal base y más rica en cobre en las regiones exteriores de la misma. La película formada por  $\text{Al}_2\text{O}_3$  se forma rápidamente y es varias veces más estable que  $\text{Cu}_2\text{O}$  [9]. Además, gracias a su dureza le confiere una mayor resistencia a la abrasión. Otra de las características es que los óxidos se adhieren firmemente al metal base y en consecuencia proporciona protección contra la corrosión, reduciendo la tasa de corrosión por un factor de 20-30; sin embargo, para velocidades de flujo superiores a 4.3m/s la capa de óxido comienza a ser vulnerable, pudiendo dejar al material base al descubierto [10].

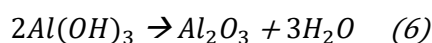
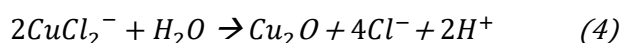
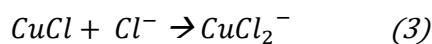
Además de estas características, la protección también se debe a una disminución de la reacción de disolución anódica, que dificulta el transporte iónico a través de la capa de óxido y a una disminución en la velocidad de la reacción catódica en la capa de óxido [10], lo cual, junto con las cualidades convierte a la capa de óxidos en una capa protectora.

### 2.6.1. Mecanismo de corrosión

La corrosión de los NAB comienza con la disolución de los elementos principales, tales como el cobre y el aluminio. En la Reacción 1 y Reacción 2 [9] se aprecia el inicio del proceso de corrosión en un ambiente marino.



Posteriormente, los productos de corrosión dados en las reacciones 1 y 2 vuelven a reaccionar y se forma óxido cuproso y óxido de aluminio a través de las siguientes reacciones:



En la Imagen 9 se puede apreciar esquemáticamente el inicio del proceso de corrosión en un medio marino.

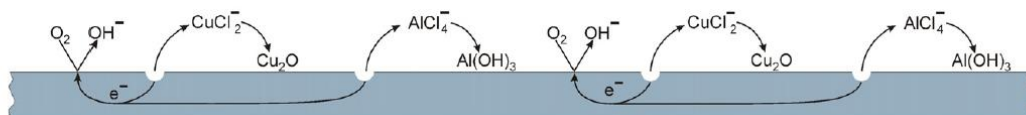
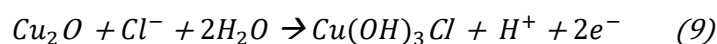
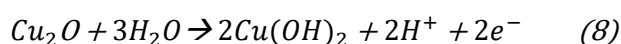
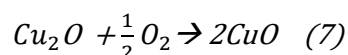


Imagen 9: Esquema de los procesos iniciales de corrosión [22]

El  $\text{Cu}_2\text{O}$  formado, puede oxidarse en hidróxido u óxido de Cu (II) poroso e hidróxidos sueltos de cloruro de cobre. Su formación se puede observar a través de una secuencia de las siguientes reacciones:



La formación de hidróxidos se da con un tiempo prolongado de exposición, por lo que la resistencia a la corrosión depende de las propiedades de  $\text{Cu}_2\text{O}$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

A diferencia del  $\text{Cu}_2\text{O}$  formado por oxidación seca, el  $\text{Cu}_2\text{O}$  formado en la solución de cloruro es un semiconductor de tipo p altamente defectuoso, en el cual faltan algunos  $\text{Cu}^+$  en la red catiónica. Los iones de Ni (o Fe) entran en las películas degradadas de  $\text{Cu}_2\text{O}$ , rellenando las vacantes de la red catiónica. Este proceso se da de dos formas diferentes, en primer lugar, cada  $\text{Ni}_2^+$  llena un catión vacante, lo que lleva a la eliminación de dos agujeros positivos, por lo tanto, aumenta la resistividad de la película de  $\text{Cu}_2\text{O}$ . En segundo lugar, cada  $\text{Ni}_2^+$  reemplaza iones  $\text{Cu}^+$  en la red  $\text{Cu}_2\text{O}$ , lo que resulta en la aniquilación de un agujero positivo, aumentando de nuevo la resistividad de la película protectora. Por lo tanto, la proporción de níquel influirá en la mejora del rendimiento a corrosión, ya que a mayor presencia del compuesto la probabilidad de rellenar los huecos de  $\text{Cu}_2\text{O}$  será mayor [7].

### 2.6.2. Corrosión por picadura

Las aleaciones de NAB poseen una gran capacidad de resistencia a picadura, debido a que la capa de óxidos tiene capacidad de auto reparación. A continuación, explicamos este mecanismo.

La capa de óxidos de  $\text{Cu}_2\text{O}$  es porosa, lo que provoca que se convierta en una capa conductora. Además, cuenta con un doble efecto, ya que hace la función de ánodo dentro de la picadura y a la vez es cátodo en el exterior de la misma [22]. Como consecuencia de las reacciones anódicas y catódicas, la picadura se cubre de una capa de óxido blanca formada por  $\text{CuCl}$ , dada en la reacción 1, la cual se extiende a lo largo de la picadura. Este efecto se representa en la Imagen 10.

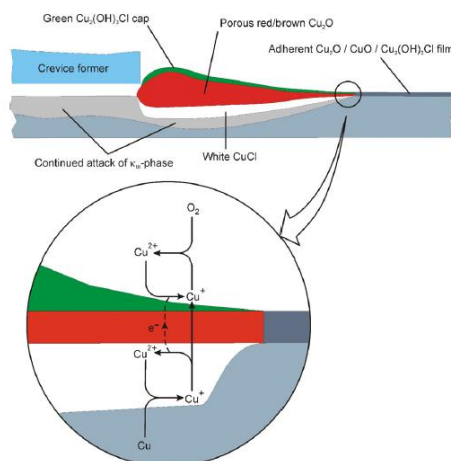


Imagen 10: Esquema de corrosión de un NAB bajo inmersión de agua marina [22]

Tras la formación de los componentes de  $\text{CuCl}$  se produce la oxidación de parte de ellos, provocando finalmente el proceso mostrado en la reacción 9. Se puede observar la estructura en la Imagen 10.

### 2.6.3. Corrosión de fases

Las diferencias químicas y cristalográficas de cada fase existente en una aleación NAB conduce a una diferencia de la nobleza de cada una de ellas al medio corrosivo, lo que provoca el fenómeno de corrosión selectiva de fases.

A parte de la fase  $\gamma_2$ , la cual no confiere características positivas a la estructura de la aleación, y por ello se evita su formación, en un ambiente de agua de mar la fase  $\beta'$  es la fase que se corroe más profundamente, quedando inalterada la fase  $\alpha$  [23]. Es por ello, que se suelen recocer las aleaciones a  $675^\circ\text{C}$  durante 2–6 h para descomponer esta fase en fases  $\alpha$  y  $\kappa$ .

Eliminada la fase  $\beta'$ , las aleaciones son atacadas preferiblemente en la interfaz de  $\alpha$ - $\kappa$ , especialmente en intermetálico  $\kappa_{III}$ , debido a la formación de celdas galvánicas [9]. Es posible transformar esta fase mediante tratamientos térmicos para minimizar este problema.

### 3. ALEACIONES A ESTUDIO

Las aleaciones sobre las que trata el estudio son un tipo de aleaciones de cobre llamadas coloquialmente NAB. Esto es debido a que son aleaciones base cobre, donde los elementos protagonistas de la aleación son el aluminio y el níquel. Estos son los elementos más abundantes, aunque también se encuentran otros en proporciones más pequeñas.

Debido a sus propiedades, este tipo de aleaciones son utilizadas en ambientes corrosivos y con solicitaciones mecánicas. Entre los campos a destacar se encuentran casquillos, debido a su dureza, hélices de barcos, aplicaciones anticorrosivas y estructurales en aplicaciones concretas. Además, poseen excelente resistencia a la abrasión, erosión y cavitación, por ello se utilizan estos materiales para la fabricación de turbinas Kaplan y Pelton.

Las muestras estudiadas han sido facilitadas por la empresa navarra Wisco. Como se apreciará a continuación, son dos aleaciones del tipo NAB, con diferente porcentaje de elementos aleantes y con un tratamiento térmico diferente.

Se han proporcionado 3 muestras de la aleación C95400 y otras 3 muestras de la aleación C95500. Para la primera muestra de cada aleación el estado es as-cast, es decir, se ha realizado la fundición y se ha dejado enfriar a temperatura ambiente. Para las segundas muestras se ha realizado un calentamiento a 650°C y se ha enfriado en aire. Las muestras número 3 también se han calentado en horno a 650°C, pero el enfriamiento se ha producido en el propio horno, por lo que las muestras se han enfriado con mayor lentitud que las enfriadas con aire.

Los tratamientos se han realizado con el fin de homogenizar la muestra y de evitar posibles tensiones internas que posea el material. La heterogeneidad favorece la corrosión, fenómeno a rehusar. Por otro lado, se realizan sobre materiales que van a ser producidos de manera industrial, por lo que realizar un revenido implicaría realizar un temple previo de la muestra, lo cual encarecería la obtención del material. Cabe tener en cuenta el tratamiento de envejecido, el cual es importante en estas aleaciones ya que se producen precipitados, sin embargo, el efecto de homogenización de este tratamiento es menor al realizado.

Con el fin de facilitar la identificación de las muestras se ha procedido a llamarlas de la forma en la que aparece en la Tabla 2.

Denominación	Aleación	Tratamiento
A1	C95400	As cast
A2	C95400	Calentamiento a 650° y enfriada en aire
A3	C95400	Calentamiento a 650° y enfriada en horno
B1	C95500	As cast
B2	C95500	Calentamiento a 650° y enfriada en aire
B3	C95500	Calentamiento a 650° y enfriada en horno

*Tabla 2: Denominación de las muestras proporcionadas*

### 3.1. C95400

La aleación C95400 es una de las aleaciones de tipo NAB. A continuación, se detallarán características de la misma. Se puede encontrar con el nombre comercial de AMPCO 18.

En la Tabla 3 aparecen algunas de las equivalencias para esta aleación.

Aleación	ASTM B505	ISO 1338	DIN
A	C95400	CuAl10-Fe3	1714-GFeAlBzF50

Tabla 3: Equivalencias de la aleación C95400

La Tabla 4 muestra la composición de la muestra C95400.

	Zn	Sn	Si	Pb	P	Ni	Mn	Mg	Fe	Cr	As	Al	Cu
Min									3,0			10,0	83,0
Max						1,5	0,5		5,0			11,5	
	Zn	Sn	Si	Pb	P	Ni	Mn	Mg	Fe	Cr	As	Al	Cu
Media	0,1739	0,0425	0,0307	0,0215	0,0130	1,06	0,42	0,0048	4,12	0,0047	0,0092	10,65	83,45

Tabla 4: Composición de las muestras de la aleación C95400 (proporcionado por Wisco)

Las propiedades mecánicas de la aleación C95400 vienen dadas en la Tabla 5.

Aleación	C95400
Resistencia a tracción	586 MPa
Límite elástico	221MPa
Alargamiento	12%

Tabla 5: Propiedades mecánicas de la aleación C95400

En la Tabla 6 se muestran las propiedades físicas de la aleación C95400.

Aleación	C95400
Densidad	7,45 kg/dm <sup>3</sup>
Temperatura de fusión	1027-1037°C
Conductividad térmica	58,7 W/mK
Resistencia eléctrica a 15°C	0,3 μΩm
Coeficiente de expansión térmica 0-250°C	16,2
Permeabilidad magnética relativa	1,2

Tabla 6: Propiedades físicas de la aleación C95400



### 3.2. C95500

La aleación C95500 también es una aleación del tipo NAB. La diferencia principal entre las dos aleaciones es el porcentaje de níquel.

Las equivalencias para esta aleación se pueden examinar en la Tabla 7.

Aleación	ASTM B505	ISO 1338	DIN
B	C95500	CuAl10-Fe5-Ni5	1714-GFeAlBzF60

Tabla 7: Equivalencias de la aleación C95500

La composición química, la cual ha sido proporcionada por Wisco, se puede encontrar en la Tabla 8.

	Zn	Sn	Si	Pb	P	Ni	Mn	Mg	Fe	Cr	As	Al	Cu
Min						4,0			4,0			8,5	76,0
Max	0,5	0,1	0,1	0,03		6,0	3,0	0,05	5,5	0,05		10,5	83,0
	Zn	Sn	Si	Pb	P	Ni	Mn	Mg	Fe	Cr	As	Al	Cu
Media	0,03	0,01	0,02	0,021	0,008	4,66	0,79	0,004	4,41	0,007	0,0070	10,07	79,98

Tabla 8: Composición de las muestras de la aleación C95500 (proporcionado por Wisco)

La Tabla 9 muestra las propiedades mecánicas de la aleación C95500.

Aleación	C95500
Resistencia a tracción	650 MPa
Límite elástico	280 MPa
Alargamiento	13%

Tabla 9: Propiedades mecánicas de la aleación C95500

Las propiedades físicas de la aleación C9550 se pueden encontrar en la Tabla 10.

Aleación	C95500
Densidad	7,6 kg/dm <sup>3</sup>
Temperatura de fusión	1050-1080 °C
Conductividad térmica	42 W/mK
Resistencia eléctrica a 15°C	0,22 μΩm
Coefficiente de expansión térmica 0-250°C	17
Permeabilidad magnética relativa	1,6

Tabla 10: Propiedades físicas de la aleación C95500

### 3.3. DETERMINACIÓN DE DENSIDADES

Debido a la diferencia de composición de las aleaciones, la densidad de las mismas cambia. Con una mayor presencia de níquel y menor de aluminio en la aleación B, las muestras deberían de poseer una mayor densidad con respecto a las muestras de la aleación A.

Con el fin de confirmarlo, se realiza el siguiente procedimiento. En primer lugar, se pesan las muestras en una balanza especial Mettler Toledo. Una vez realizado este paso, se procede a añadir agua desionizada a una cubeta, donde se insertarán las muestras. Con el peso de la muestra, la densidad del agua conocida y el peso total de la muestra sumergida en el agua se obtiene la densidad de cada muestra.

La Imagen 11 muestra la diferencia de densidades entre las dos aleaciones. Por un lado, se aprecia la diferencia entre las dos aleaciones y por otro lado se observa diferencia entre valores de una misma muestra. Esto puede ser debido al error experimental y a la diferencia de composición de cada muestra.

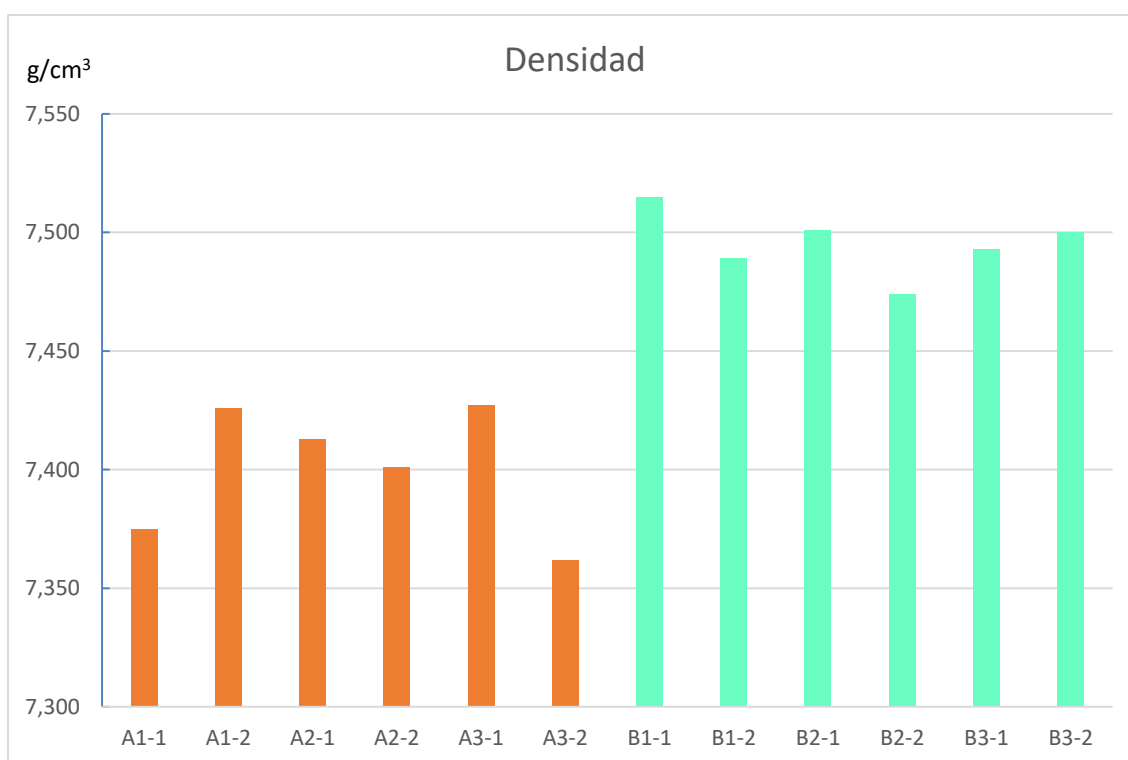


Imagen 11: Comparación de densidades entre muestras

## 4. METALOGRAFÍA

Las aleaciones de bronce al aluminio poseen más de una fase dependiendo de los aleantes, así como de la proporción de los mismos y de los tratamientos térmicos llevados a cabo. A continuación, se detallará el procedimiento para su estudio.

### 4.1. Procedimiento experimental

Es necesario preparar las muestras para poder observar las muestras al microscopio óptico. En primer lugar, se necesita pulir la superficie hasta que el acabado sea de brillo espejo. Una vez pulidas correctamente se procederá a atacar con ácidos. Estos atacantes seleccionados producen ataques selectivos de fases, por lo que facilitará la tarea de la examinación.

#### 4.1.1. Corte de las muestras

A continuación, en la Imagen 12, se observa un ejemplo de las probetas que han servido de base para el estudio. Las muestras se obtienen de barras perforadas, de ahí la extraña forma. No se aprecian fallos en el material como rechupes, únicamente un color más oscuro en la zona de los diámetros interiores y exteriores.



*Imagen 12: Bruto de las muestras*

En primer lugar, se ha solicitado al encargado de talleres la obtención de 1 muestra de cada aleación de dimensiones de 30x30x10mm y 4 muestras de 15x15x10mm. Las muestras se han obtenido mediante un corte de sierra manual, por lo que las medidas finales son aproximadas.

#### 4.1.2. Pulido de las muestras

Tras obtener las muestras cortadas, se selecciona una de cada tipo de aleación y se procede a encapsularla en un cilindro de resina acrílica transparente ClaroFast. Para ello, se utiliza un encapsulador Struers LaboPress-3, en la Imagen 13, y la citada resina en forma de polvo.



*Imagen 13: Encapsuladora de resina*

Se seleccionan los parámetros de temperatura, 180°C, presión para la compactación de la resina, 25 kN, además de los tiempos de calentamiento y enfriamiento, los cuales son 9 minutos en ambos casos.

Se coloca la muestra con el número de identificación boca arriba, de esta manera quedará siempre visible, ya que se procederá a pulir la cara contraria.

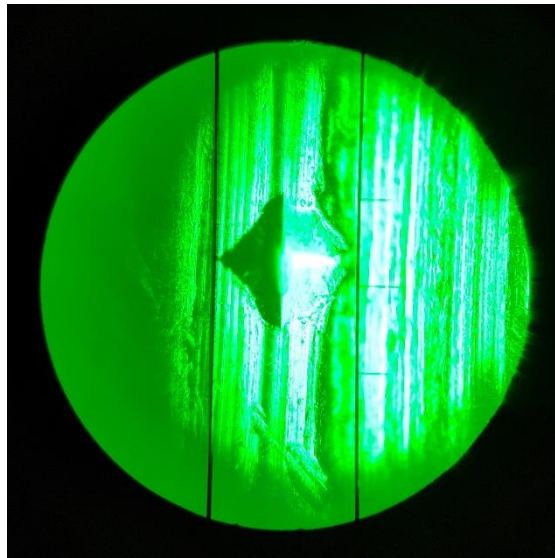
En la Imagen 14 aparecen las muestras encapsuladas.



*Imagen 14: Muestras metalográficas encapsuladas*

Tras encapsular las muestras se procederá a pulirlas. Para realizar un pulido correcto es necesario escoger un kit de pulido acorde a la dureza de los materiales.

Es por ello que para conocer de manera aproximada la dureza de las aleaciones, realizamos un ensayo de micro indentación. Este ensayo no dará datos precisos, pero sí una estimación bastante aproximada. Se realiza el ensayo con una fuerza de 1N durante 10s. En la Imagen 15 se puede ver una huella realizada en este ensayo.



*Imagen 15: Vista de la huella tras la indentación en la muestra en bruto*

Los datos obtenidos dan diferentes valores de dureza, en la primera muestra se obtienen 420 HV, en la número 2, 260 HV y en la tercera un valor de 180 HV.

Conociendo los datos de dureza se puede seleccionar el tipo de abrasivo. Se escoge un kit abrasivo para un rango de dureza media, de entre 100 y 400HV.

Este kit consta de tres fases de pulido y está compuesto de varios paños, los cuales se apoyarán sobre la base circular de la pulidora, y diferentes abrasivos, que se rociarán sobre los paños.

La pulidora que se utiliza es la del laboratorio de materiales de la Upna, la cual está compuesta por los elementos Struers Labo Force 3 y Struers LaboPol-5. Se puede observar en la Imagen 16.

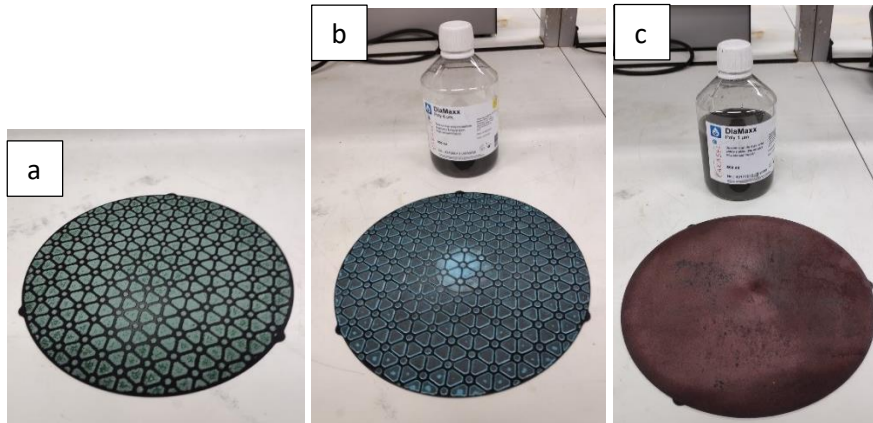


*Imagen 16: Pulidora utilizada*

En la primera fase se colocan las muestras sobre un paño relativamente grueso, Aka – Piatto 220 y se realiza una refrigeración por agua, mientras las muestras van dando vueltas a una velocidad de 300 rpm sobre el paño abrasivo, con una fuerza de 35N durante 5 minutos.

Tras este paso, se coloca un paño más fino, Aka-Allegran 3 y se añade continuamente un flujo de partículas de diamante con 6  $\mu\text{m}$  de tamaño. Para ello se aplican manualmente gotas con ayuda de una pipeta. Las muestras giran a 150 rpm, con 35N de fuerza durante otros 5 minutos.

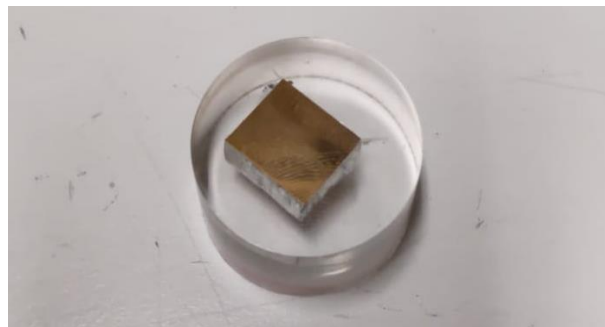
Los paños utilizados de aprecian en la Imagen 17.



*Imagen 17: Paños abrasivos: a) Aka-Piatto 220, b) Aka-Allegran 3, c) Aka-Napal*

En el último proceso, se coloca un paño más fino, Aka-Napal con una pasta de diamante de tamaño de partículas de 1  $\mu\text{m}$  a 150 rpm durante 4 minutos. La disolución de partículas se aplica de la misma manera que en el paso anterior.

Una vez acabado el pulido con el último paño, se comprueba que las muestras están correctamente pulidas, para ello se inspecciona visualmente. El resultado a obtener es un pulido tipo espejo, como el mostrado en la Imagen 18. Si el resultado es correcto se seguirá con el ataque químico.



*Imagen 18: Muestra encapsulada y pulida*

#### 4.1.3. Ataque químico

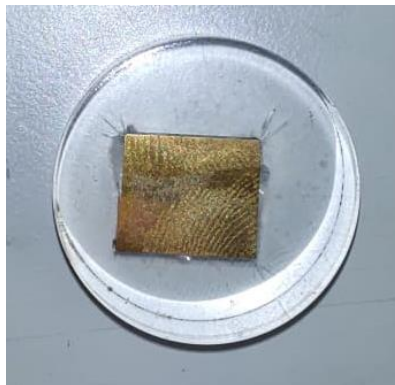
Para poder obtener imágenes de la microestructura es necesario el ataque químico de la muestra, ya que de lo contrario no se apreciaría contraste entre las diferentes fases de la aleación.

Tras observar en numerosos artículos, se opta por utilizar el  $\text{FeCl}_3$  disuelto en ácido clorhídrico [23]. Para ello, se pesan 5 gramos de  $\text{FeCl}_3$  y se diluye en 100ml de agua. Tras diluirlo se añaden los 10ml de HCL. Se aprecia cómo cambia el color de la disolución, ya que pasa a ser una solución básica a ser una solución ácida.

Las muestras son sumergidas en el atacante durante 10 segundos y se aplica metanol para limpiar la superficie atacada.

Se comprueba que la superficie ha cambiado ligeramente de color, esto indica un buen ataque, ya que si se hubiera tenido la muestra sumergida durante más tiempo la muestra quedaría excesivamente oxidada y su color sería mucho más oscuro.

En la Imagen 19 se observa una muestra atacada correctamente.



*Imagen 19: Muestra atacada*



## 4.2. Análisis metalográfico de las muestras

A continuación, se muestran las imágenes de las muestras obtenidas al microscopio óptico Olympus BX60M, el cual se puede observar en la Imagen 18. En ellas se aprecian las diferentes fases, así como los intermetálicos que se forman.



*Imagen 20: Microscopio óptico Olympus BX60M*

Se mostrarán las imágenes de las muestras al máximo aumento permitido (1000X) así como las imágenes y datos de menor tamaño, para realizar un estudio de fases más adecuado.

Cabe destacar que se ha realizado un pequeño procesado de imagen, el cual se basa en pasar la imagen a escala de blanco y negro y una vez hecho esto, se han maximizado los balances para resaltar más los detalles.

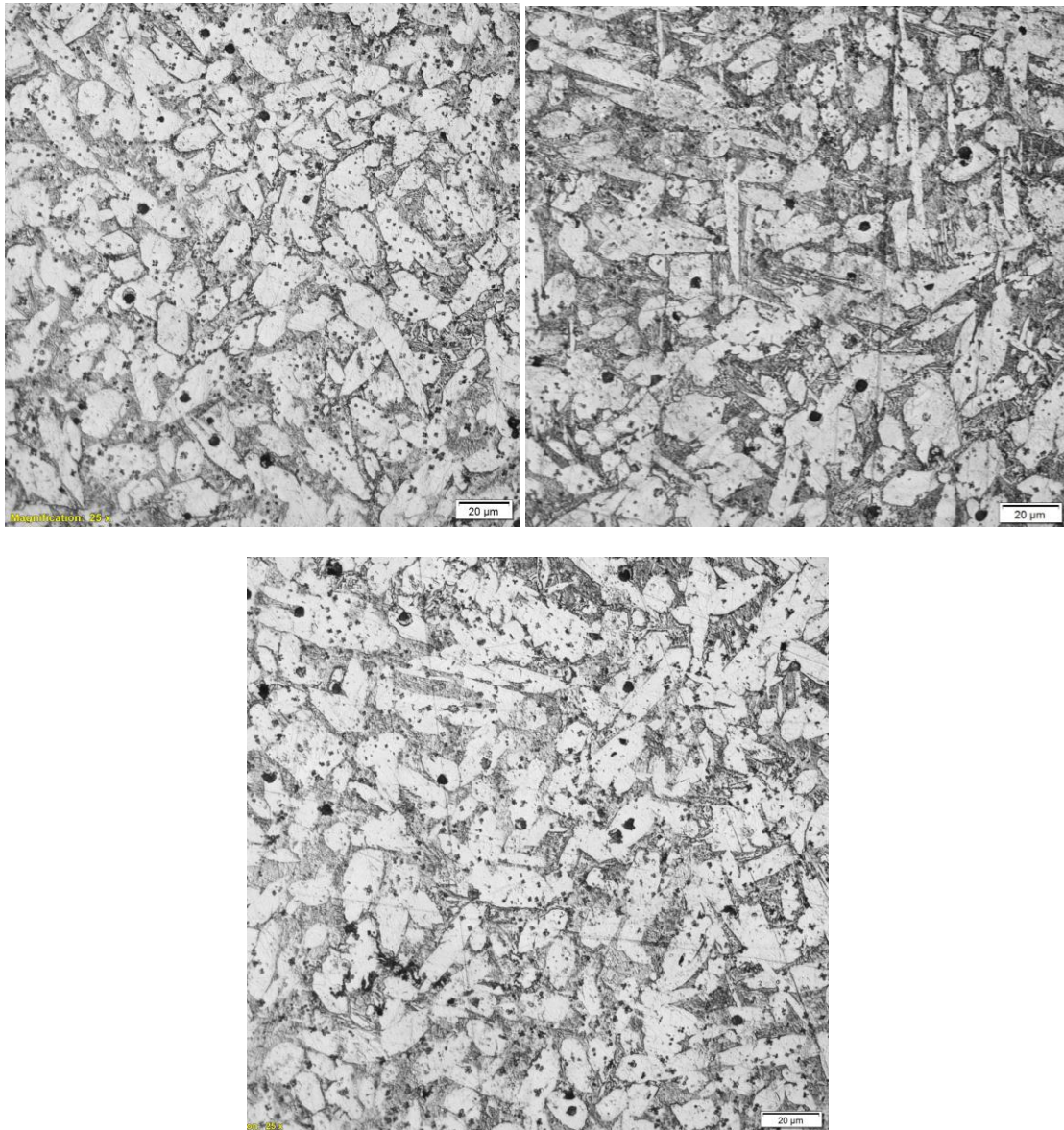
Para la estimación del porcentaje de fases e intermetálicos se ha utilizado el software Steam Essential. Mediante la detección de las diferentes tonalidades de la imagen el programa realiza un cálculo estimado. Esto da una aproximación, ya que depende de la zona en la que se ha observado, además de no ser exacto debido a que se encuentra un factor de subjetividad a la hora de escoger el límite entre tonalidades, es por ello, que se han realizado 3 estudios de cada muestra y se realizará la media para cada muestra.

Se debe mencionar que no es el porcentaje en peso, si no el porcentaje de píxeles.

#### 4.2.1. Muestra A1, aleación C95400 en estado de recepción, *as cast*

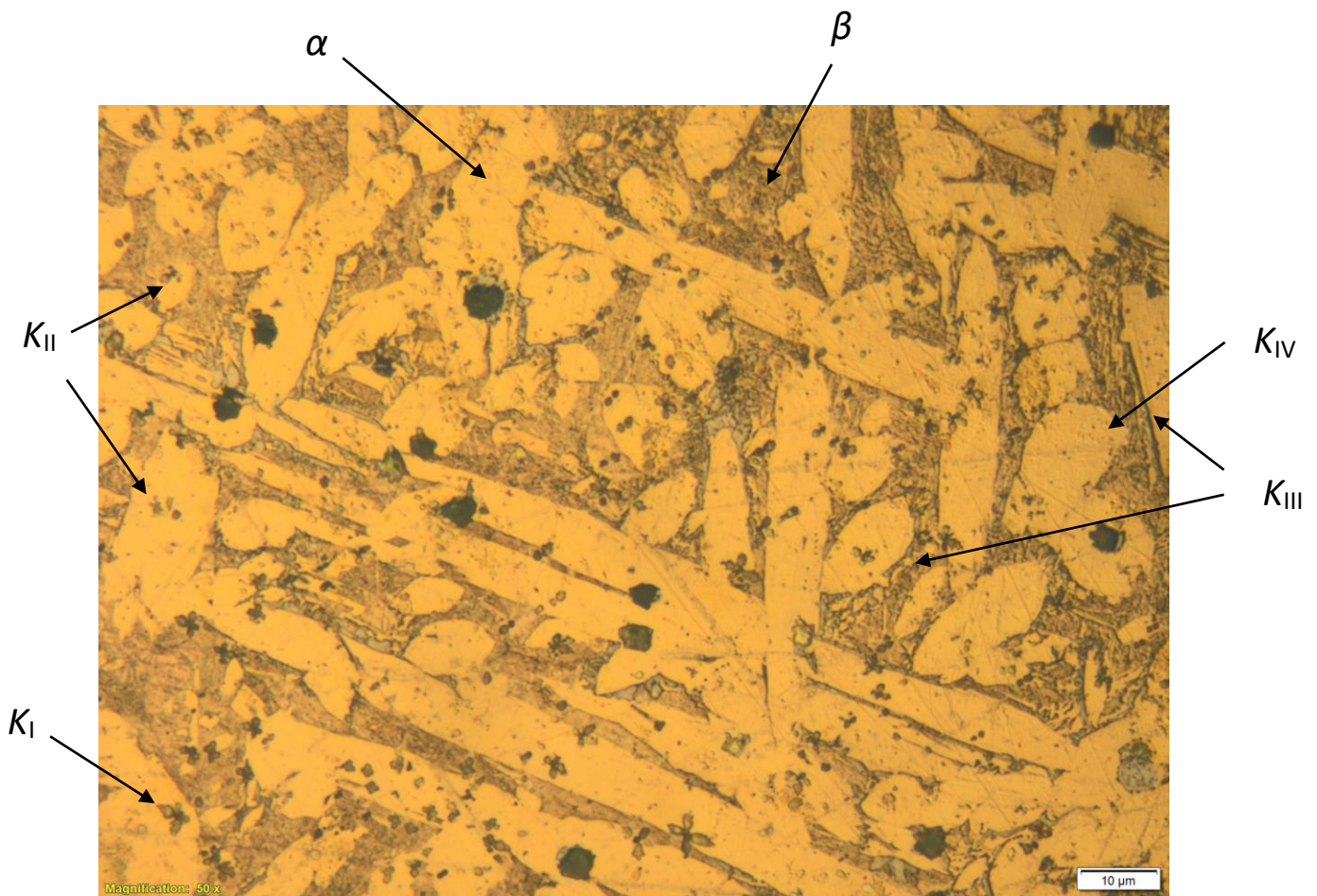
##### *Análisis de imágenes*

En la Imagen 21 se expone el resultado de la muestra A1 a un aumento de 500x en el microscopio óptico.



*Imagen 21: Imágenes de la muestra A1 en microscopio óptico, microestructura, aumento 500x*

Se puede apreciar claramente las diferentes fases, así como varias combinaciones de intermetálicos. Se observa como la fase  $\alpha$  crece fácilmente.



*Imagen 22: Muestra A1 en microscopio óptico, aumento 1000x*

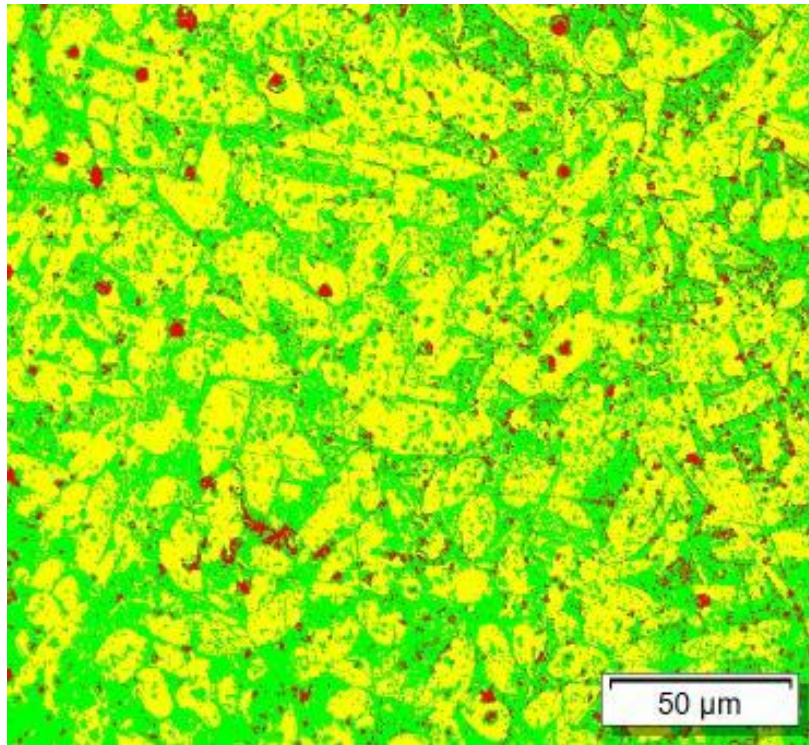
En la Imagen 22 se puede observar la microestructura de la muestra A1, la cual, es la muestra “as cast” de la aleación C95400. En ella, se muestra las dos fases de las que se compone la aleación, la  $\alpha$ , correspondiente a la amarilla más clara y la fase  $\beta$  o fase  $\beta'$  retenida, correspondiente a la zona más oscura. También se pueden detectar gran cantidad de intermetálicos, como el  $K_I$  con su forma lobular, el  $K_{II}$ , de forma esferoidal, el  $K_{III}$  entre los bordes de grano y forma alargada y el  $K_{IV}$  disperso entre la fase  $\alpha$ .

La aleación se ha enfriado relativamente lento. Al comenzar la solidificación, se parte de una mezcla de fase  $\beta$  y fase  $\alpha$ . A medida que se ha llevado a cabo el enfriamiento, la fase  $\beta$  se ha ido transformando en fase  $\alpha$  y en los intermetálicos precipitados, sin embargo, el enfriamiento no se ha producido excesivamente lento, ya que aún sigue estando presente la fase  $\beta$ .



### *Análisis de fases*

Observando la Imagen 23 y los datos obtenidos mediante el software se observa, en primera medida la gran variabilidad que existe en el estudio.



*Imagen 23: Imagen procesada de la muestra A1 para el porcentaje de fases e intermetálicos*

También se debe mencionar que los pequeños defectos, tales como poros se identificarán como intermetálicos, sin embargo, no se han apreciado ninguno.

En la Tabla 11 se muestran los resultados obtenidos.

	Intermetálicos (%)	Fase Alfa (%)	Fase Beta (%)
Análisis 1	4,7	54,92	40,38
Análisis 2	5,37	41,79	52,84
Análisis 3	3,34	47,58	49,08
Media	4,47	48,10	47,43
Varianza	1,07	43,30	40,85

*Tabla 11: Resultados para los porcentajes de fases e intermetálicos de la muestra A1*

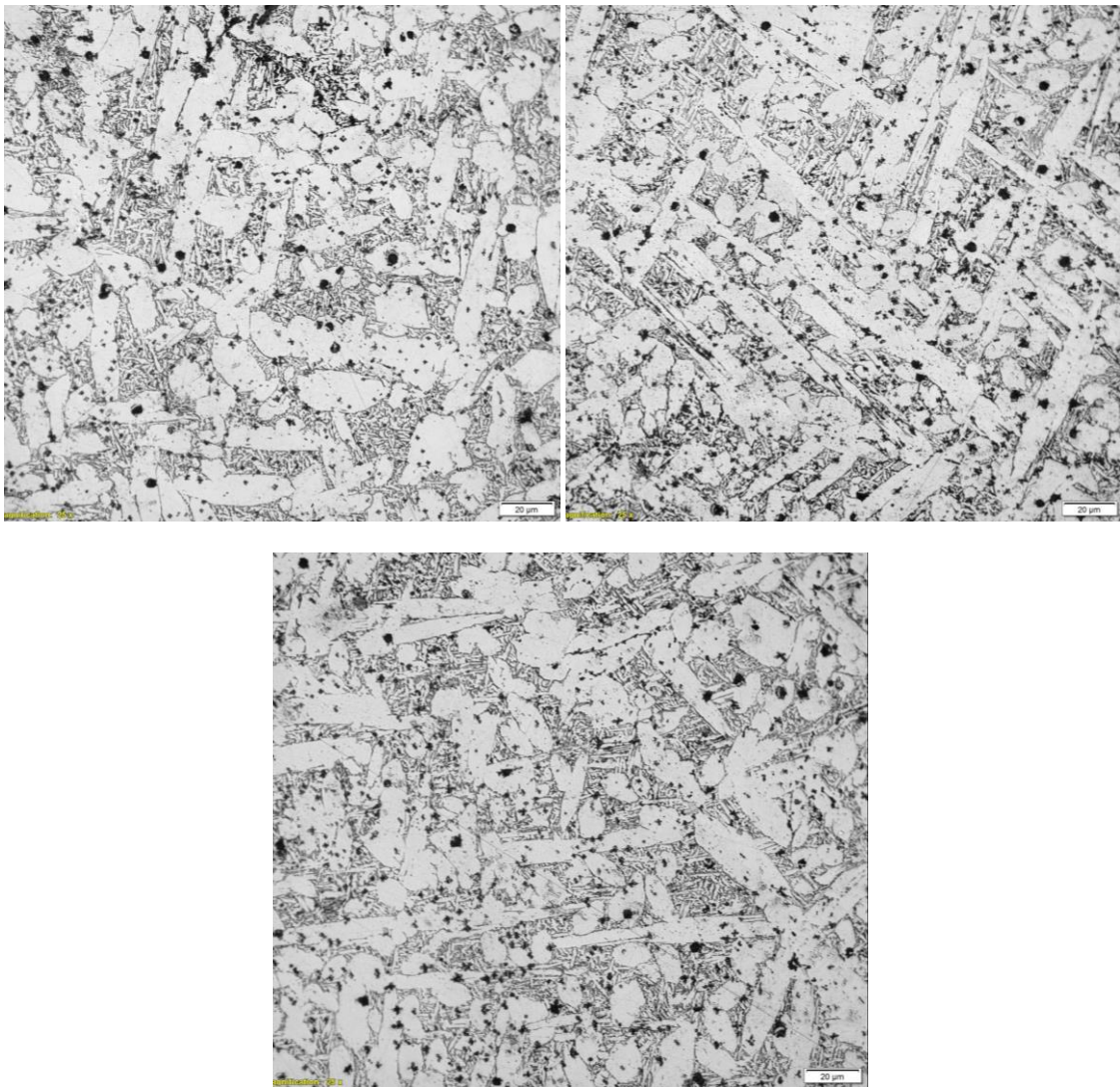
Se puede apreciar un equilibrio entre las dos fases, con alrededor de un 48% de presencia para cada una. También se aprecia la heterogeneidad de la muestra, sobre todo en la precipitación de los intermetálicos.

En cuanto a la varianza, los intermetálicos poseen la menor, mientras que las fases  $\alpha$  y  $\beta$  poseen un valor mayor, lo cual indica gran dispersión de los datos.

#### 4.2.2. Muestra A2, aleación C95400 con enfriamiento en aire

##### *Análisis de imágenes*

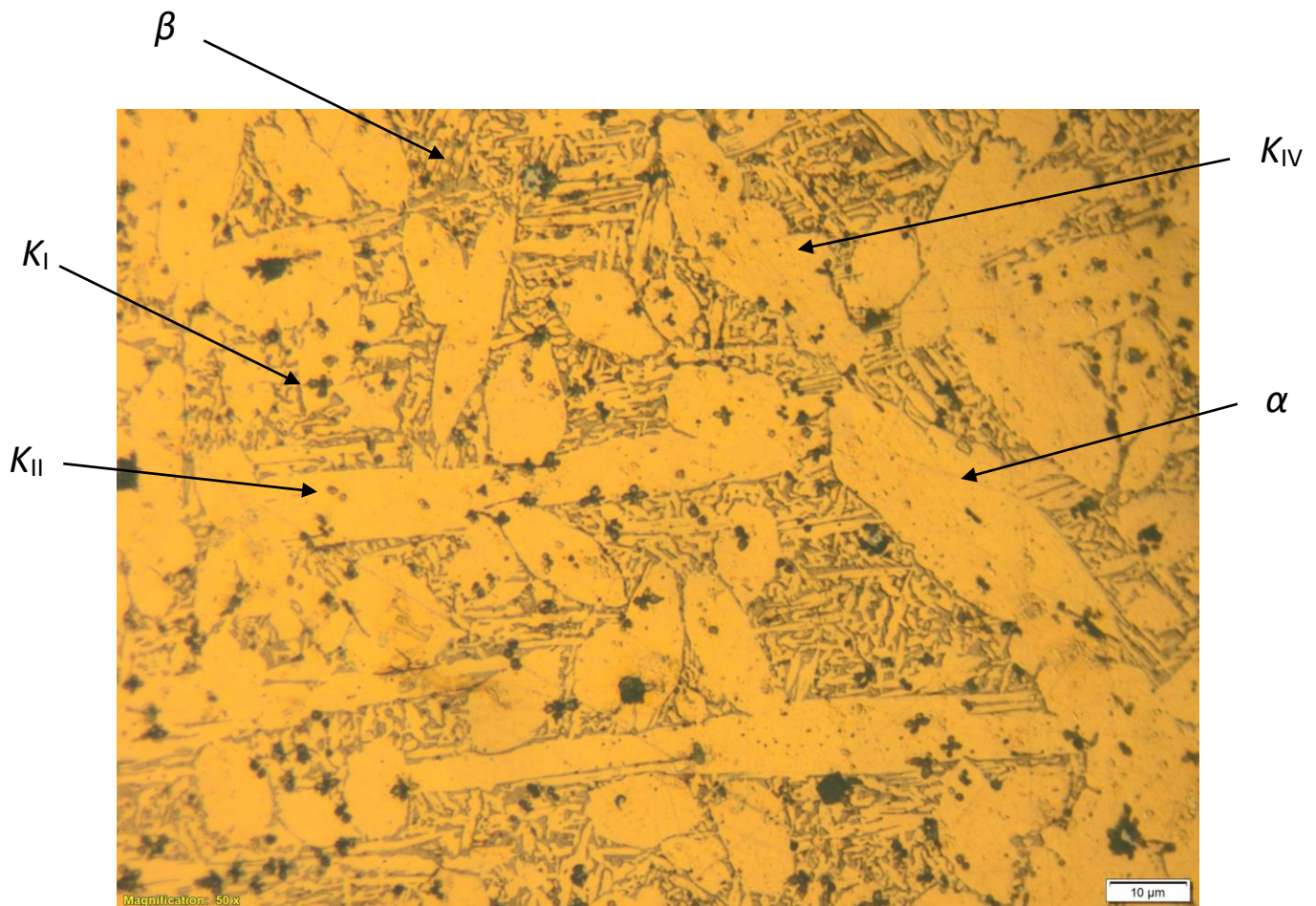
En la Imagen 24 se muestra la forma en la que la fase  $\alpha$  crece, la cuál, aparece en forma alargada sobre la muestra. Además, no lo hace en una dirección, sino que lo hace de forma aleatoria.



*Imagen 24: Imágenes de la muestra A2 en microscopio óptico, microestructura, aumento 500x*



En la Imagen 25 se puede observar la microestructura de la muestra A2. En ella se aprecia una mayor cantidad de fase  $\alpha$  y una menor cantidad de la fase  $\beta'$ , la cual, debido a un enfriamiento más lento se ha ido disolviendo. En cuanto a los intermetálicos se pueden apreciar los  $\kappa_I$  en gran abundancia, y presencia de  $\kappa_{II}$  y  $\kappa_{IV}$ .

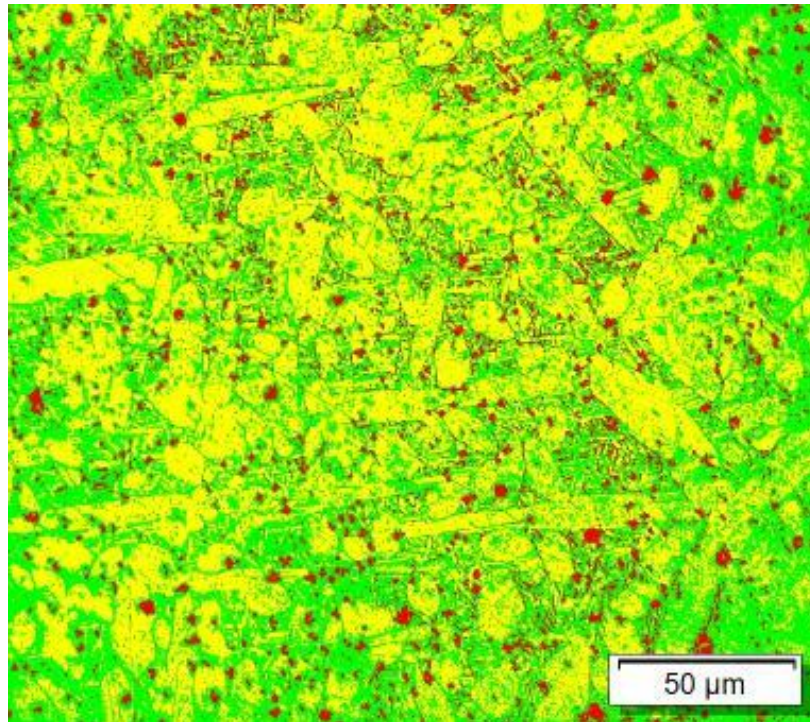


*Imagen 25: Muestra A2 en microscopio óptico, aumento 1000x*

El enfriamiento más lento ha provocado una mayor presencia de fase  $\alpha$  respecto a la muestra A1. Se ve claramente una mayor predominancia, indicando un enfriamiento significativamente más lento. También se encuentran más intermetálicos, por lo que indica que inicialmente la aleación contaba con mayor presencia de fase  $\beta$ .

### *Análisis de fases*

En la Imagen 26 se muestra una fotografía procesada de la muestra A2.



*Imagen 26: Imagen procesada de la muestra A2 para el porcentaje de fases e intermetálicos*

Con los datos extraídos de la Tabla 12, se deduce que aumenta el porcentaje de la fase  $\alpha$ , con un aumento del 6% aproximadamente y una disminución de la  $\beta$  de un 8%. Esto es debido a que la fase  $\beta$  se disuelve con un enfriamiento más lento, pues no es estable.

	Intermetálicos (%)	Fase Alfa (%)	Fase Beta (%)
Análisis 1	4,22	61,67	34,1
Análisis 2	7,06	58,31	34,63
Análisis 3	5,8	42,87	51,33
Media	5,69	54,28	40,02
Varianza	2,02	100,52	96,01

*Tabla 12: Resultados para los porcentajes de fases e intermetálicos de la muestra A2*

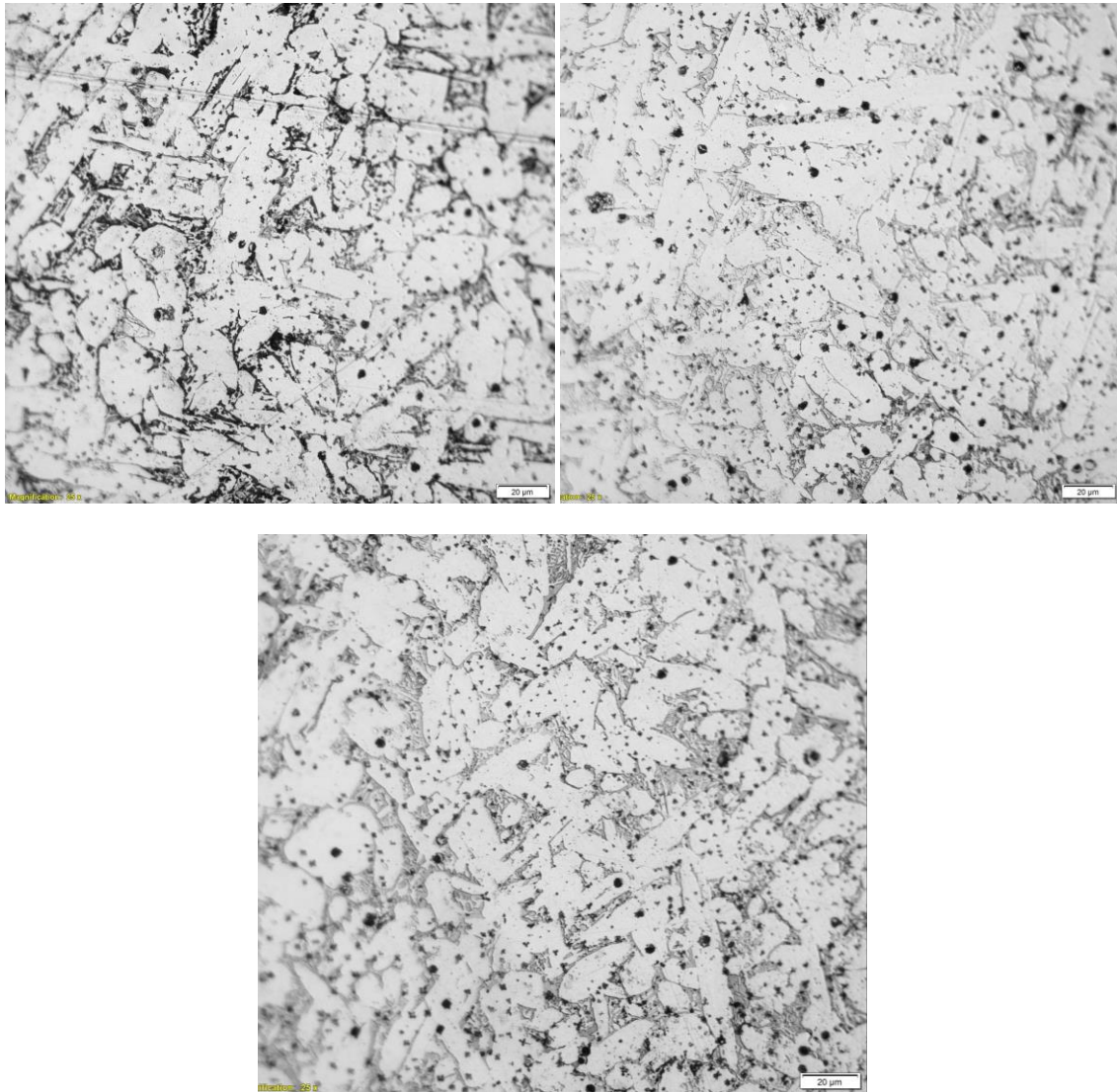
Una vez más la varianza de los intermetálicos es la menor, con una gran desviación en las fases.



#### 4.2.3. Muestra A3, aleación C95400 con enfriamiento en horno

##### *Análisis de imágenes*

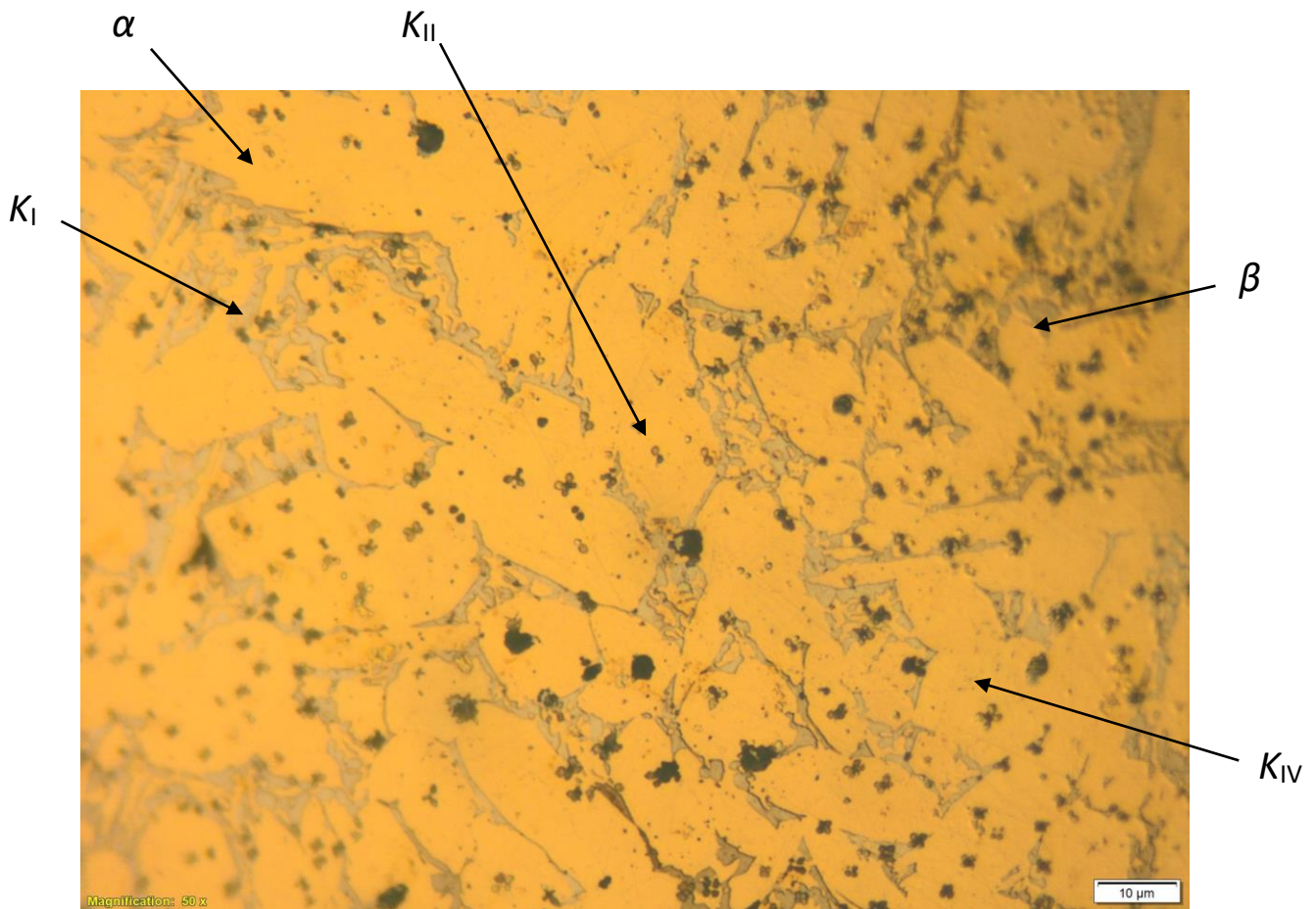
En estas muestras se aprecia como la fase  $\alpha$  aparece todavía más que en la muestra A2. En estas, crece de forma alargada pero la anchura es mayor, empieza a crecer más uniformemente, además, se ve como los granos conectan con otros, lo que provoca que no estén rodeados por completo por fase  $\beta^I$ . Puede observarse en la Imagen 27.



*Imagen 27: Imágenes de la muestra A3 en microscopio óptico, microestructura, aumento 500x*



En la Imagen 28, correspondiente a la muestra A3, se aprecia claramente el predominio de la fase  $\alpha$  sobre la fase  $\beta^I$ . Se aprecian claramente los intermetálicos  $\kappa_I$ , predominando sobre los demás. También se observan los intermetálicos  $\kappa_{II}$  en menor medida y los  $\kappa_{IV}$  entre la fase  $\alpha$ .



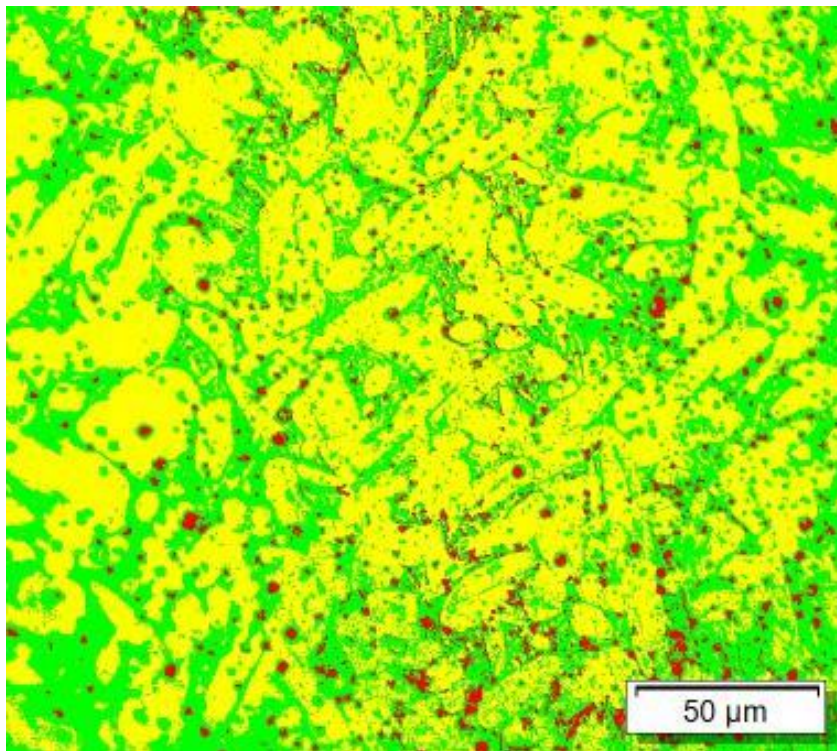
*Imagen 28: Muestra A3 en microscopio óptico, aumento 1000x*

La muestra A3 corresponde al enfriamiento más lento de la aleación A. Se aprecia que la fase  $\beta^I$  es significativamente menor. Su disolución es tal que los núcleos de crecimiento de fase  $\alpha$  se juntan entre ellos. Se aprecia que había mayor presencia de fase  $\beta$  debido a los precipitados.

En la muestra A3 se ve un claro ejemplo de que el tratamiento térmico realizado a provocado una estabilización de la muestra, pasando de una estructura bifásica a una estructura homogeneizada.

### *Análisis de fases*

En la Imagen 29 se aprecian los intermetálicos muy esparcidos por toda la muestra, con la mayoría con un tamaño pequeño, además, se observa predominio de fase  $\alpha$ .



*Imagen 29: Imagen procesada de la muestra A3 para el porcentaje de fases e intermetálicos*

Los datos obtenidos del análisis de fases se pueden ver en la Tabla 13.

	Intermetálicos (%)	Fase Alfa (%)	Fase Beta (%)
Análisis 1	6,74	61,94	31,32
Análisis 2	2,81	67,46	29,74
Análisis 3	3,76	56,28	39,95
Media	4,44	61,89	33,67
Varianza	4,20	31,25	30,20

*Tabla 13: Resultados para los porcentajes de fases e intermetálicos de la muestra A3*

Con los resultados obtenidos se observa que la cantidad de intermetálicos es parecida a la de la muestra A1. En cuanto a las fases se ve claramente como predomina la fase  $\alpha$  estable, debido a que el enfriamiento ha sido el más lento de las tres muestras.

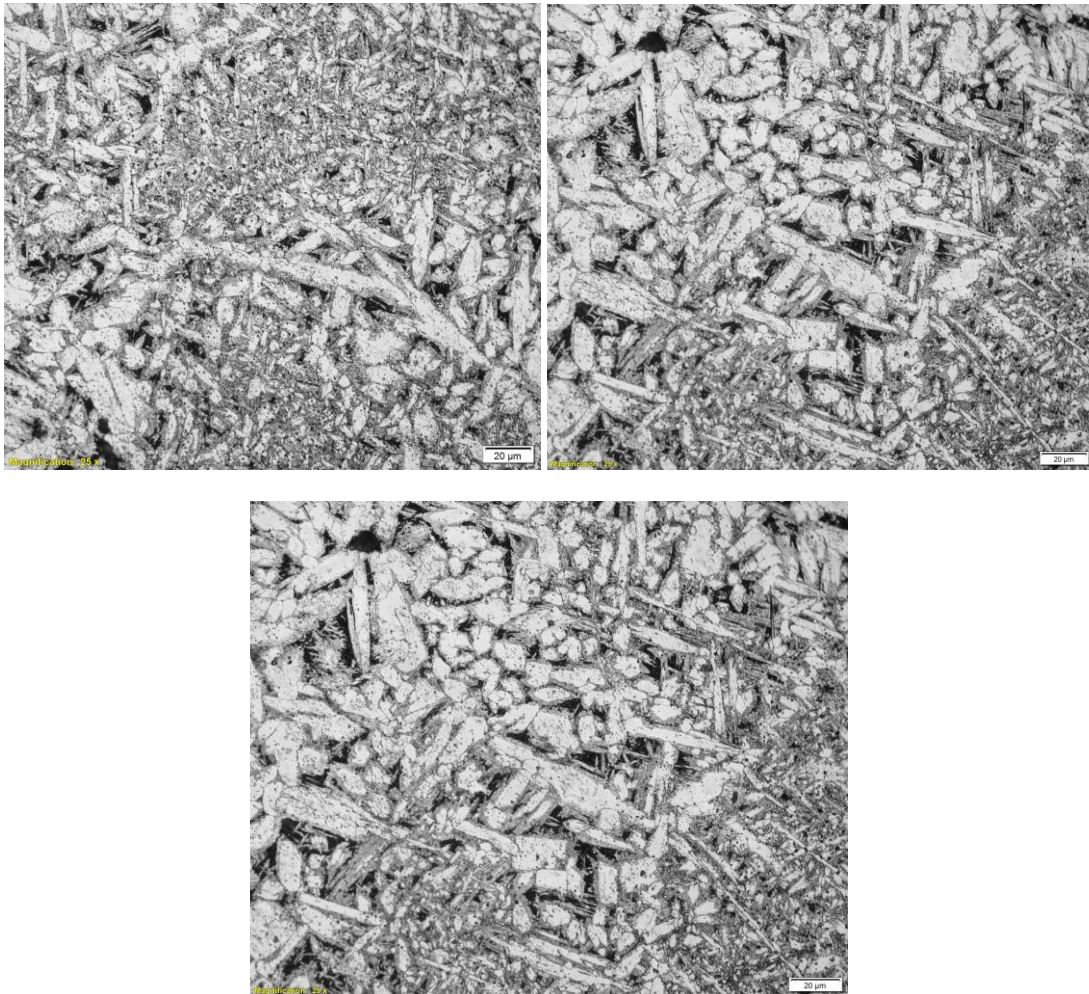
En los resultados de esta muestra se observan unos valores de varianza mayor en los intermetálicos y menor en las fases, tanto en la fase  $\alpha$  como en la fase  $\beta$ , lo cual indica una dispersión mayor en los intermetálicos y menor en las fases.



#### 4.2.4. Muestra B1, aleación C95500 en estado de recepción, *as cast*

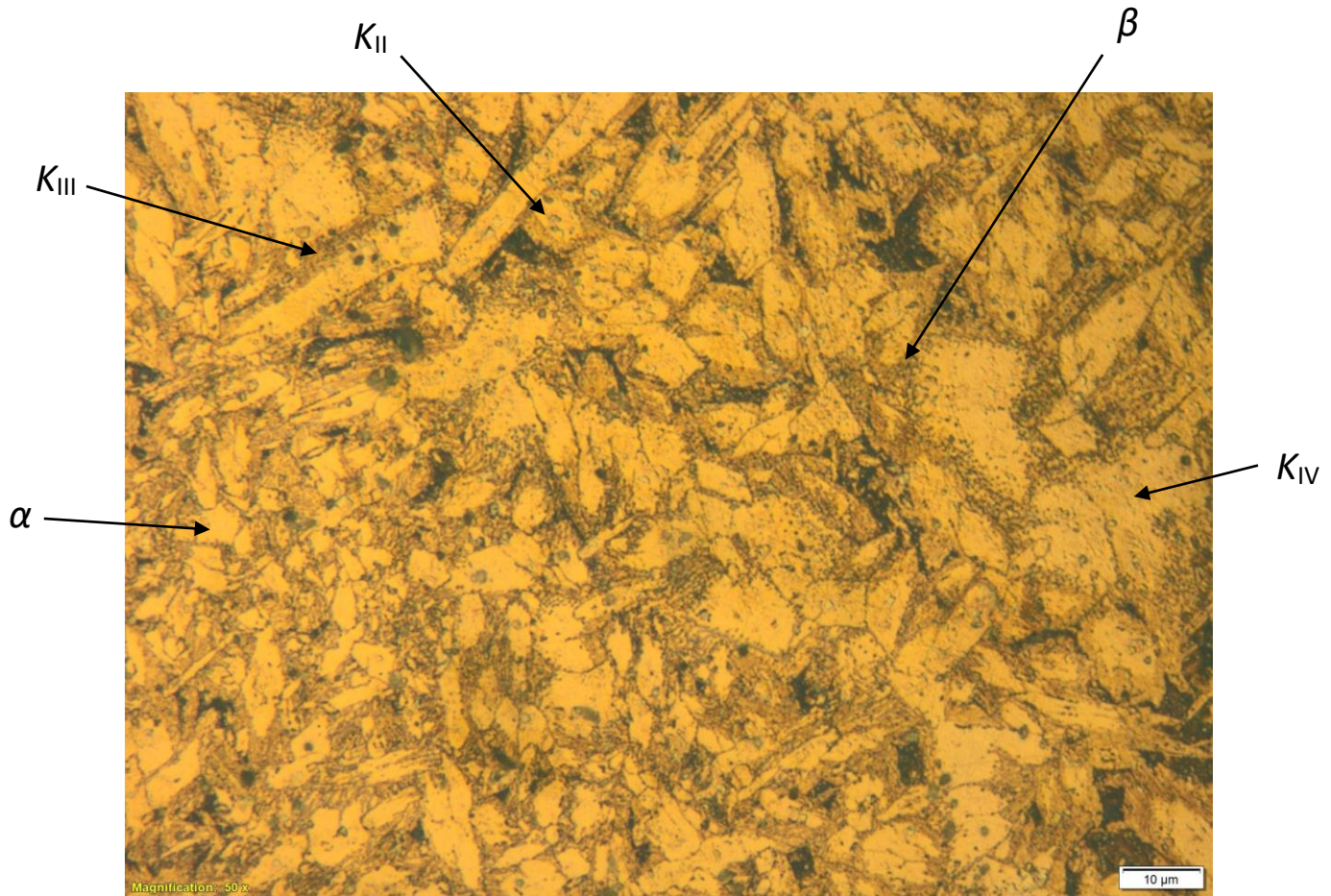
##### *Análisis de imágenes*

En la Imagen 30, se aprecia el crecimiento irregular de los granos de la fase  $\alpha$ , con zonas en las que se ve un crecimiento amplio y otras zonas en las que la fase  $\alpha$  no crece tanto. La concentración de fase  $\beta$  es muchísimo mayor.



*Imagen 30: Imágenes de la muestra B1 en microscopio óptico, microestructura, aumento 500x*

La Imagen 31 muestra la microestructura de la muestra de la aleación C9550 sin enfriamiento controlado, es decir, “as cast”. A primera vista se aprecia una microestructura irregular, con zonas de dendritas primarias y secundarias rotas, debido a los gradientes de enfriamiento. Existen zonas en las que se intercala la fase  $\beta'$  sobre la  $\alpha$  con mucha variabilidad de concentración. Se aprecian gran cantidad de intermetálicos  $\kappa_{II}$ , y  $\kappa_{IV}$ . También se puede observar el intermetálico  $\kappa_{III}$ , aunque en menor medida.



*Imagen 31: Muestra B1 en microscopio óptico, aumento 1000x*

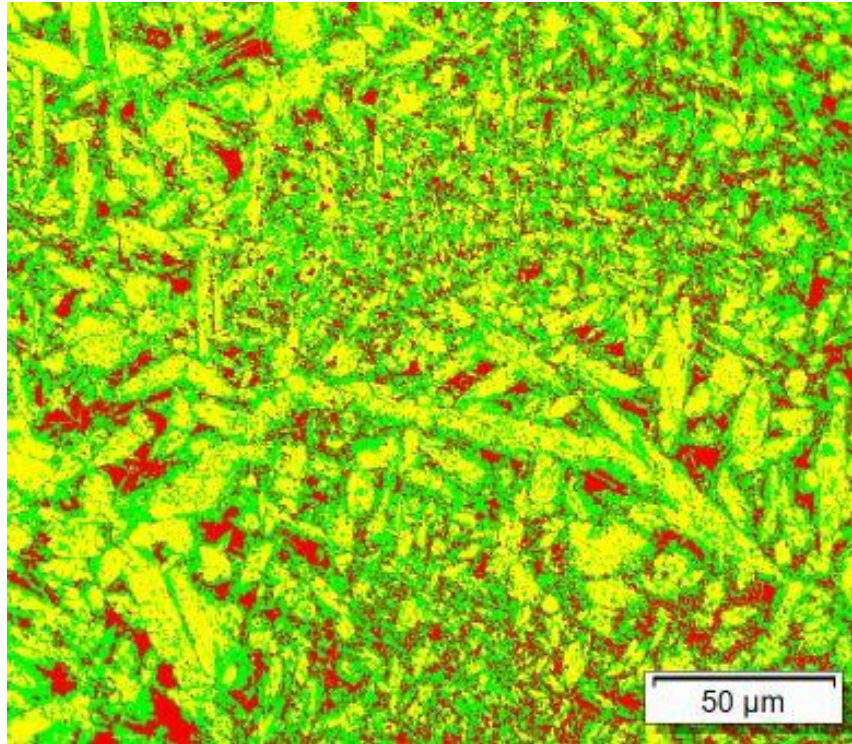
Se aprecia cómo la fase  $\alpha$  va creciendo a partir de la fase  $\beta$ . El crecimiento es muy irregular, es por ello que hay núcleos de fase  $\alpha$  que crecen y se unen entre ellos.

La fase  $\beta$  se aprecia en gran medida debido a que la mayor presencia de níquel provoca que los compuestos intermetálicos ricos en hierro con formas globulares se reemplazan por partículas enriquecidas con níquel, las cuales forman una red continua que envuelve a los granos de fase  $\alpha$  [24]. Esto ocurre cuándo el contenido en níquel de la aleación es mayor que el de hierro, como se da en este caso.



### *Análisis de fases*

La Imagen 32 muestra una gran cantidad de intermetálicos dispersos por toda la muestra. Parece también que se muestran defectos en la muestra, ya que aparecen intermetálicos demasiado grandes, supuestamente correspondientes a fase  $\beta$ . Las fases no están distribuidas homogéneamente, ya que hay zonas con fase alfa grandes y otras con mucha mayor concentración de fase beta.



*Imagen 32: Imagen procesada de la muestra B1 para el porcentaje de fases e intermetálicos*

En la Tabla 14 se muestran los resultados de los porcentajes de fase para la aleación B1.

	Intermetálicos (%)	Fase Alfa (%)	Fase Beta (%)
Análisis 1	14,43	29,52	56,05
Análisis 2	16,02	29,31	54,67
Análisis 3	16,82	18,78	64,39
Media	15,76	25,87	58,37
Varianza	1,48	37,71	27,66

*Tabla 14: Resultados para los porcentajes de fases e intermetálicos de la muestra B1*

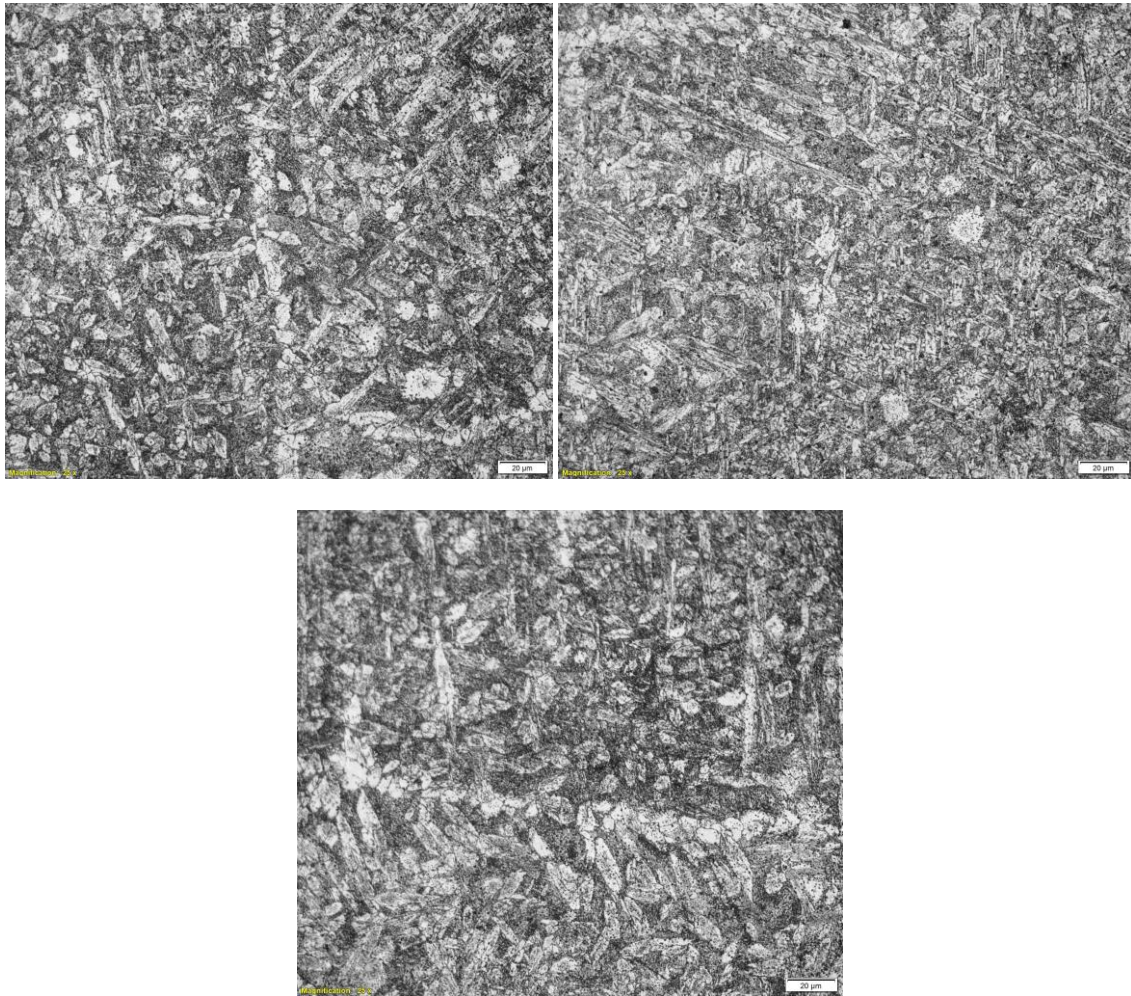
En cuanto a los porcentajes, se muestran muchísimos más intermetálicos que en las muestras A. También se ve como la fase  $\beta$  predomina claramente sobre la  $\alpha$ .

Los valores de varianza mostrados son bajos, en comparación con las muestras anteriores, lo que indica que los valores se encuentran mejor calculados.

#### 4.2.5. Muestra B2, aleación C95500 con enfriamiento en aire

##### *Análisis de imágenes*

Las Imagen 33 muestra una aleación más homogénea que la de la muestra B1, sin embargo, sigue apareciendo esa diferencia de crecimientos de la fase  $\alpha$ .



*Imagen 33: Imágenes de la muestra B2 en microscopio óptico, microestructura, aumento 500x*



En la Imagen 34 se puede observar que la distribución de las fases sigue siendo heterogénea con distribución irregular de fases. Posee grandes concentraciones de fase  $\alpha$ , sin embargo, se ve que la aleación  $\alpha$  no ha crecido tanto como en la muestra B1. En cuanto a los intermetálicos encontramos de los 4 tipos, parece que el  $\kappa_I$  empieza a crecer y el  $\kappa_{III}$  también aparece en menor medida. Los predominantes son  $\kappa_{II}$  y  $\kappa_{IV}$ .

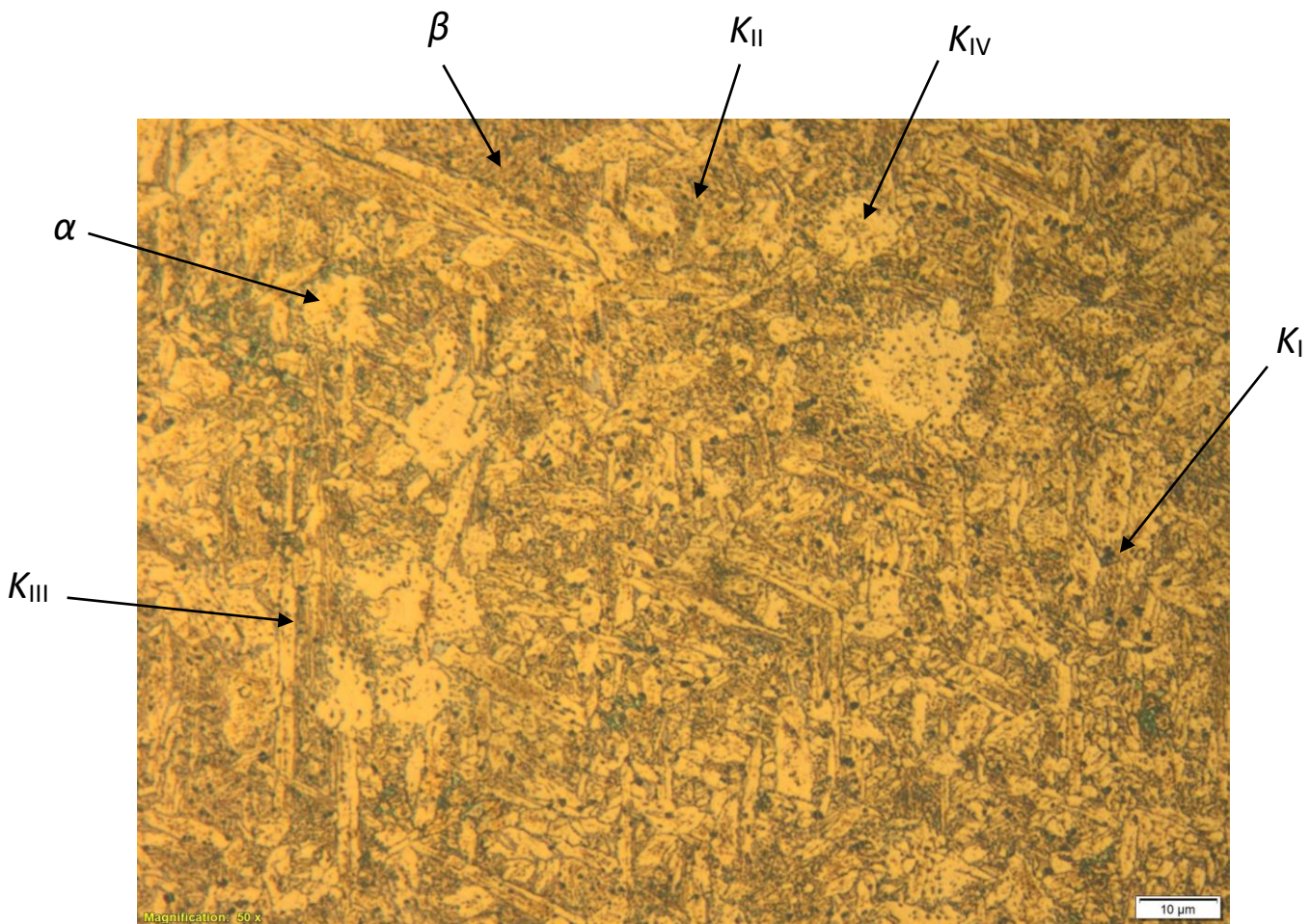


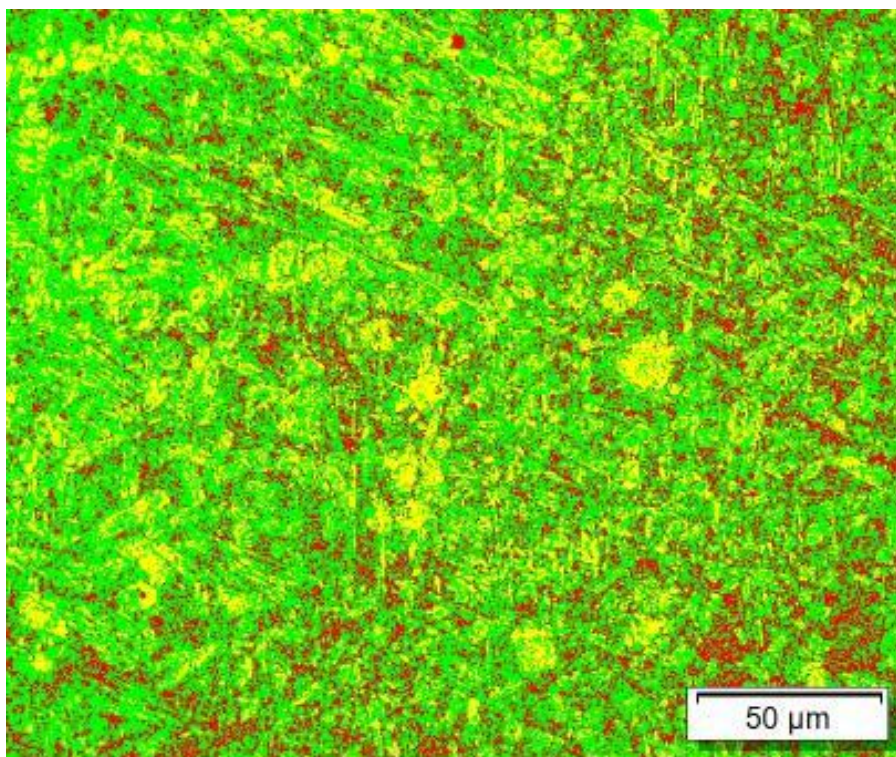
Imagen 34: Muestra B2 en microscopio óptico, aumento 1000x

Un enfriamiento más lento no ha provocado una mayor presencia de fase  $\alpha$ , en gran medida por la presencia de níquel. La mayor cantidad de intermetálicos se forman cerca de la fase  $\alpha$ , la cual vuelve a estar rodeada de fase  $\beta$ .

También hay que mencionar que al poseer mayor cantidad de níquel la conductividad de la aleación baja, ya que los mejores conductores térmicos son el aluminio y el cobre, por lo que se minimiza el efecto de la velocidad de enfriamiento en cuanto a estabilización de la aleación se refiere.

### *Análisis de fases*

La Imagen 35 muestra una gran cantidad de intermetálicos dispersos por toda la muestra y de un tamaño menor al de la muestra B1, esto muestra que se ha eliminado en gran medida el factor por defectos de la muestra. También se aprecia la escasez de fase  $\alpha$ .



*Imagen 35: Imagen procesada de la muestra B2 para el porcentaje de fases e intermetálicos*

Los porcentajes de fases se muestran en la Tabla 15, descrita a continuación.

	Intermetálicos (%)	Fase Alfa (%)	Fase Beta (%)
Análisis 1	19,75	14,51	65,75
Análisis 2	13,44	14,67	71,89
Análisis 3	16,55	11,9	71,55
Media	16,58	13,69	69,73
Varianza	6,64	1,61	7,94

*Tabla 15: Resultados para los porcentajes de fases e intermetálicos de la muestra B2*

Como se observa en la Tabla 15, predomina la fase beta con gran claridad sobre la fase alfa. En esta muestra aumenta su presencia con respecto a la muestra B1 y desciende el porcentaje de  $\alpha$ . También se aprecia que los intermetálicos aumenta su porcentaje.

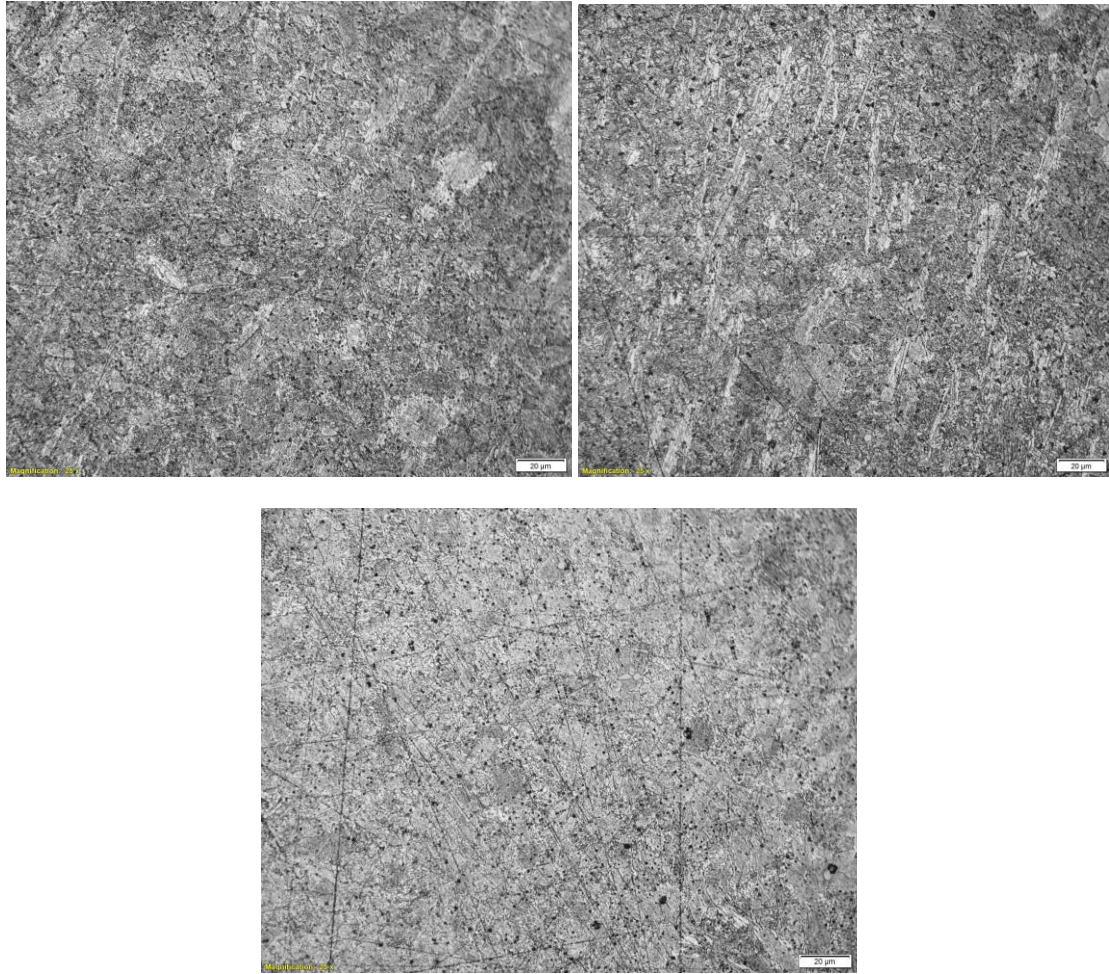
Observando los datos de la varianza, se aprecia una desviación alta en los intermetálicos y muy baja en las fases, lo cual indica gran dispersión en los datos obtenidos en cuanto a los intermetálicos se refiere. Con respecto a las fases son los mejores resultados obtenidos en estos estudios.



#### 4.2.6. Muestra B3, aleación C95500 con enfriamiento en horno

##### *Análisis de imágenes*

La Imagen 36 muestra que la aleación B3 es la que se encuentra más homogeneizada de las aleaciones C95500.



*Imagen 36: Imágenes de la muestra B3 en microscopio óptico, microestructura, aumento 500x*

En cuanto a la muestra B3 puede observarse en la Imagen 37. La fase  $\beta$  se va disolviendo con mayor presencia de fase  $\alpha$ . Se logran identificar los 4 intermetálicos, destacando un crecimiento mayor que en las otras muestras de  $\kappa_{III}$ . Se aprecia mayor presencia de  $\kappa_I$ , aunque predomina sobre todo la formación de  $\kappa_{II}$ . Eso es debido a que los procesos de difusión sustitucional están favorecidos, tendiendo a formarse mayores porcentajes de intermetálicos kappa.

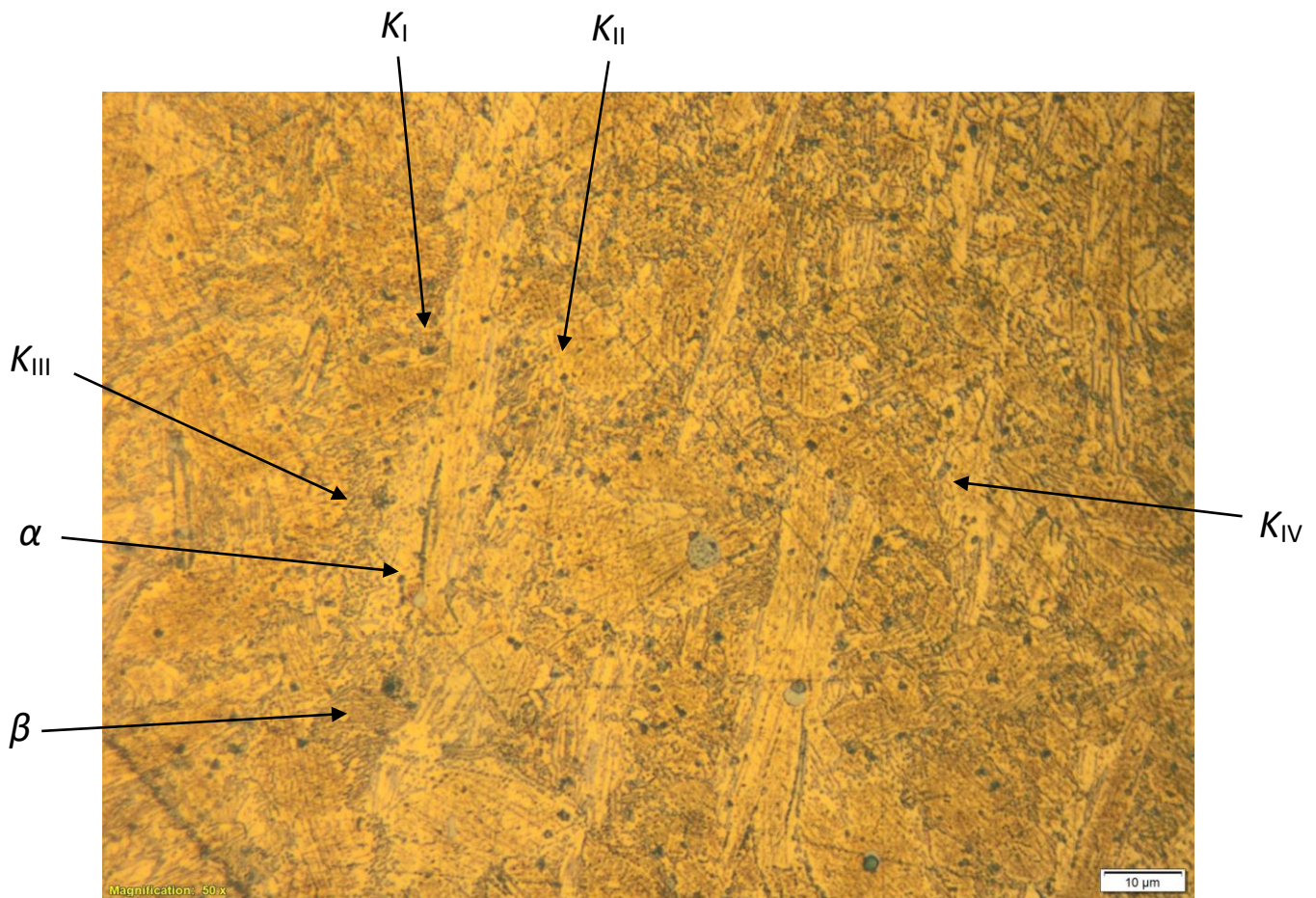


Imagen 37: Muestra B3 en microscopio óptico, aumento 1000x

Debido al mayor enfriamiento, se aprecia cómo aparecen mayor número de intermetálicos y sobre todo cómo precipitan sobre la fase  $\alpha$ . Debido al efecto del níquel sigue estando la fase  $\alpha$  encerrada sobre la fase  $\beta$ , sin embargo, esta muestra se encuentra más homogenizada que las anteriores, se encuentra sobre todo diferencia con la muestra as cast.



### Análisis de fases

En la Imagen 38 se ve la distribución mayormente homogénea de los intermetálicos. En cuanto a las fases se aprecia como la fase  $\alpha$  se queda encerrada entre gran cantidad de fase  $\beta$ .

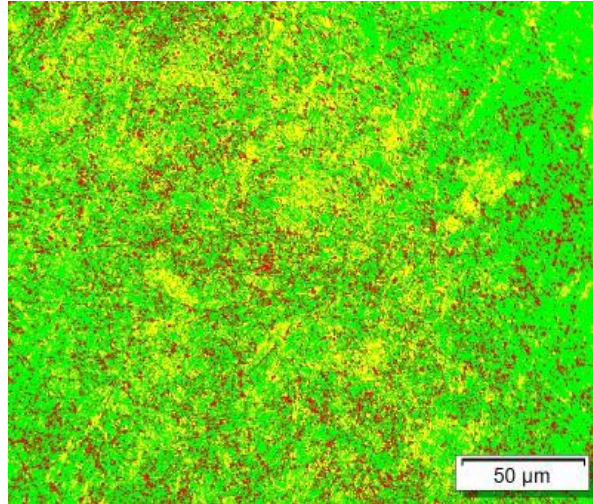


Imagen 38: Imagen procesada de la muestra B3 para el porcentaje de fases e intermetálicos

El porcentaje de intermetálicos es mostrado en la Tabla 16.

	Intermetálicos (%)	Fase Alfa (%)	Fase Beta (%)
Análisis 1	9,9	15,5	74,59
Análisis 2	12,23	16,95	70,82
Análisis 3	4,7	29,89	65,41
Media	8,94	20,78	70,27
Varianza	9,91	41,85	14,19

Tabla 16: Resultados para los porcentajes de fases e intermetálicos de la muestra B3

La Tabla 16 muestra cómo predomina la fase  $\beta$ , visto en la Imagen 38 superior, sobre la fase  $\alpha$ , la cual está más presente que en la muestra B2 pero menos que la B1. El porcentaje de intermetálicos es el menor de las 3 muestras.

La varianza obtenida con los datos de la muestra B3 muestra una gran dispersión de los intermetálicos y una desviación baja en cuanto a la fase  $\beta$  se refiere, mostrando una dispersión media de la fase  $\alpha$ .

Tal y como se observan en las muestras de la aleación B, un mayor contenido de la aleación de níquel favorece la presencia de fase  $\beta$  significativamente, aun realizando los tratamientos térmicos.

Cabe destacar la gran variabilidad de estos estudios, reflejados en las amplias y variadas varianzas. Esto es debido a que cambian los porcentajes de fases según se tomen unas imágenes para realizar las muestras u otras. Se ve claramente con los intermetálicos de estas muestras.

### 4.3. Resultados

Tomando como resultados los porcentajes entre fases obtenidos con el programa, los resultados se muestran en la Tabla 17.

	Muestras					
	A1	A2	A3	B1	B2	B3
Intermetálicos	4,47	5,69	4,44	15,76	16,58	8,94
Alfa	48,10	54,28	61,89	25,87	13,69	20,78
Beta	47,43	40,02	33,67	58,37	69,73	70,27

Tabla 17: Comparativa de fases

Tal y como se observa en la Imagen 39, En la aleación A, la fase  $\alpha$  va creciendo conforme el enfriamiento es más lento, a causa de la desaparición de fase  $\beta$ . Los intermetálicos se mantienen más o menos estables.

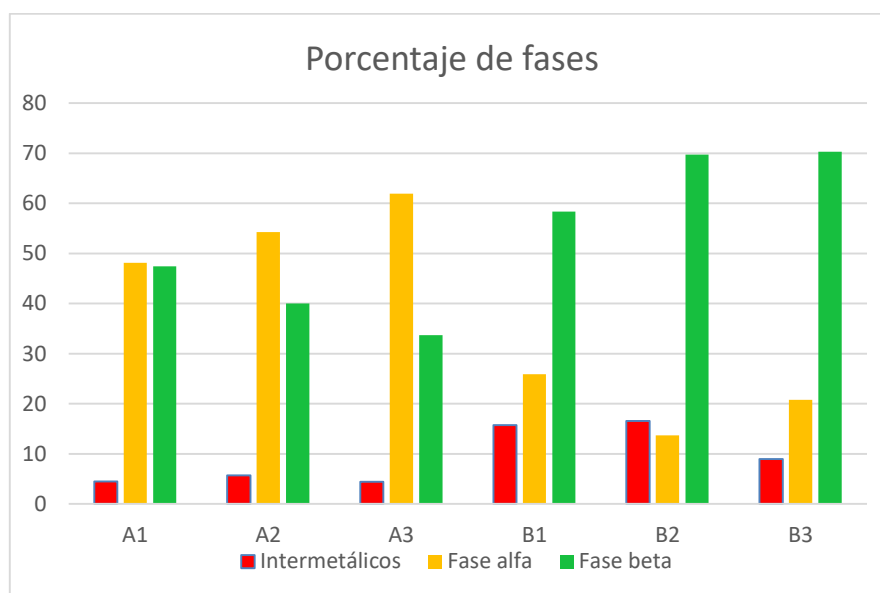


Imagen 39: Gráfica comparativa de fases

En la aleación B los resultados son contrarios a lo esperado, ya que con el tratamiento la fase  $\beta$  aumenta, al contrario que  $\alpha$ , la cual disminuye, justamente al revés que la aleación A. La presencia de intermetálicos desciende al aplicar el tratamiento, lo cual induce a varias posibilidades:

- La aleación B no sigue las reglas de nucleación y de crecimiento de fases
- Se ha encontrado un problema en la identificación de las muestras
- Se ha realizado mal la obtención del porcentaje de fases.

En la aleación B se encuentran mayor cantidad de intermetálicos, esto es debido a que la mayor presencia de níquel en la aleación con respecto a la aleación A induce a su formación.

## 5. DETERMINACIÓN DE DUREZA

Con el objetivo de estudiar la dureza en las diferentes muestras se han realizado ensayos de micro indentación, dureza Brinell y dureza Vickers.

### 5.1. Microindentación

Para la realización de los ensayos de indentación se ha utilizado un equipo Mitutoyo MicroWiZard con un indentador con forma piramidal. Se ha aplicado una fuerza de 1N durante 10 segundos. Mediante la medición de las diagonales de la huella el software marca la dureza, en este caso en la escala de dureza Vickers. En la Imagen 40 puede apreciarse el indentador.



*Imagen 40: Indentador de micro dureza Mitutoyo MicroWiZard*

Las indentaciones se han realizado sobre las probetas que se han utilizado para los ensayos tribológicos, ya que estas probetas se encontraban pulidas, por lo que evitamos errores por rugosidad excesiva de la superficie. Se han tomado 4 medidas de cada muestra y se ha realizado la media para minimizar errores. Los resultados obtenidos se encuentran reflejados en la Tabla 18.

Microindentación, dureza Vickers						
	Muestra A1	Muestra A2	Muestra A3	Muestra B1	Muestra B2	Muestra B3
Indentación 1 (HV)	290,1	230,5	207,7	215,4	220,3	276,9
Indentación 2 (HV)	309,6	235,4	215,9	211	223,2	276,8
Indentación 3 (HV)	300,7	238,2	210,8	220,4	228,6	274,4
Indentación 4 (HV)	295,8	227,8	211,3	238,7	229,6	270
Media (HV)	299,05	232,98	211,43	221,38	225,43	274,53
Varianza	68,23	22,03	11,44	148,15	19,58	10,44

*Tabla 18: Resultados de la Microindentación Vickers*

Las varianzas mostradas en la Tabla 18 nos muestran la dispersión de los datos. En muchos casos como en las muestras A2, A3, B2 y B3 son relativamente buenas. Cabe destacar que este tipo de ensayos está más enfocado a muestras con recubrimientos o con con tratamientos superficiales, es por esto que se realizará más adelante un ensayo de dureza Vickers.

Como se puede observar, la aleación C95400 es más dura en casi todos los tratamientos, a excepción del último. Se aprecia una bajada de dureza conforme se van aplicando los tratamientos, al contrario que en la otra aleación, la cual aumenta su dureza con los tratamientos térmicos.

## 5.2. Dureza HRb

La dureza también se ha medido con un durómetro HRb, sin embargo, este ensayo es menos preciso ya que se realiza con un instrumento analógico y su precisión no es equiparable a la del micro Indentador Vickers. El durómetro utilizado es un Centaur rb 2 hardness tester. Se puede observar en la Imagen 41.



Imagen 41: Durómetro Centaur rb 2

Para realizar el ensayo de manera correcta se comprueba que la muestra está bien calibrada, utilizando el patrón convenientemente. Una vez calibrado, se procede a tomar 4 medidas de dureza de cada muestra. Para ello se coloca la muestra en el plato y se le aplica una precarga, se coloca el 0 de la escala y se le aplica la carga restante mediante la palanca. Tras dejar estabilizar unos segundos la carga se procede a retirar empujando la palanca hacia el sentido contrario al aplicado anteriormente y se observa la medida que da el instrumento.

Tras realizar las medidas de los ensayos, los resultados obtenidos son los que se muestran en la Tabla 19:

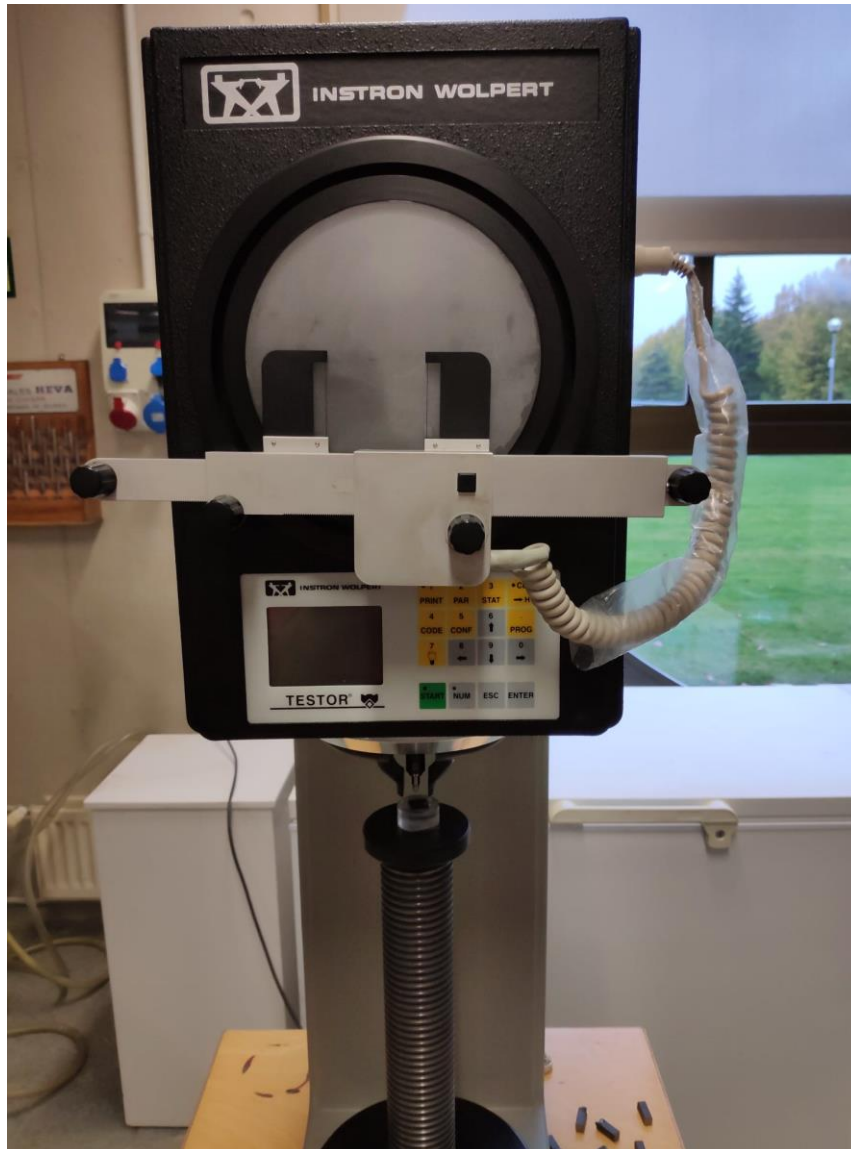
Rockwell bola						
	Muestra A1	Muestra A2	Muestra A3	Muestra B1	Muestra B2	Muestra B3
Indentación 1 (HRb)	101	98	96	98	98,5	100
Indentación 2 (HRb)	99,5	96,5	96	97	99	99
Indentación 3 (HRb)	100	97,5	96	96,5	98,5	100
Indentación 4 (HRb)	100,5	97,5	95,5	97,5	98,5	99
Media (HRb)	100,25	97,38	95,88	97,25	98,63	99,50
Varianza	0,42	0,40	0,06	0,42	0,06	0,33

Tabla 19: Resultados de la Indentación Rockwell bola

Al igual que en la dureza Vickers, se muestra que la aleación C95400 es más dura sin ningún tratamiento, y que la segunda aleación se endurece con el tratamiento térmico.

### 5.3. Dureza Vickers

Con el fin de asegurar las mediciones realizadas en los anteriores ensayos se ha realizado el de dureza Vickers. El indentador es similar al de la microdureza, pero varía la carga aplicada. En el ensayo realizado se aplica una fuerza de 300N durante 10 segundos mediante el durómetro Instron Wolpert Testor 930/250.



*Imagen 42: Instron Wolpert Testor 930/250*

El procedimiento a seguir es muy sencillo, se procede a encender el durómetro y comprobar que se encuentra calibrado, para ello se realiza una medida sobre un material con una dureza conocida. Para tomar la medida se coloca la muestra en el disco y se procede a enfocar la muestra. Una vez enfocada se puede proceder a la realización de ensayo. Se selecciona el cambio del objetivo óptico al indentador y se da marcha, previamente colocando los valores de carga requeridos. Una vez realizada la indentación se cambia al objetivo óptico y

Página 59 de 99



se toman las medidas de la huella realizada en la muestra. El propio aparato nos da el valor de dureza de la indentación.

A continuación, se muestran los resultados obtenidos en este ensayo en la Tabla 20. Se puede observar que las medidas obtenidas difieren de las del ensayo de microdureza. Comentar que al ser un material blando y producirse una huella grande es más fiable este ensayo que el de microindentación.

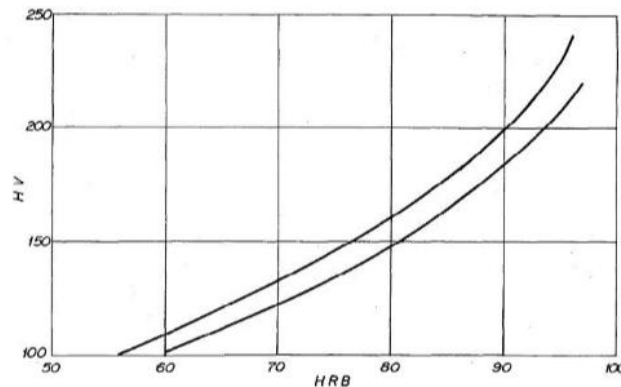
Vickers						
	Muestra A1	Muestra A2	Muestra A3	Muestra B1	Muestra B2	Muestra B3
Indentación 1 (HV)	234	211	193	203	211	229
Indentación 2 (HV)	232	214	193	206	210	237
Indentación 3 (HV)	244	213	183	205	210	235
Indentación 4 (HV)	251	211	182	202	209	232
Indentación 5 (HV)	245	213	187	202	214	234
Media (HV)	241,20	212,75	189,00	204,00	211,25	233,75
Varianza	63,70	1,80	27,80	3,30	3,70	9,30

Tabla 20: Resultados de la Indentación Vickers

#### 5.4. Comparación entre escalas

Con objeto de comprobar los resultados de las mediciones se procede a comparar entre las dos escalas de dureza. Para ello se toma como referencia la norma UNE 36-415-85, en la cual se puede observar un gráfico que compara las 2 escalas.

Hay que tener en cuenta que la conversión de dureza no es una matemática exacta, tal y como lo indica la norma. Además, influyen varios factores a la hora de tomar las medidas como pueden ser la rugosidad superficial o variaciones por la heterogeneidad del material.



*Imagen 43: Límites para la comparación entre durezas HRB y Vickers*

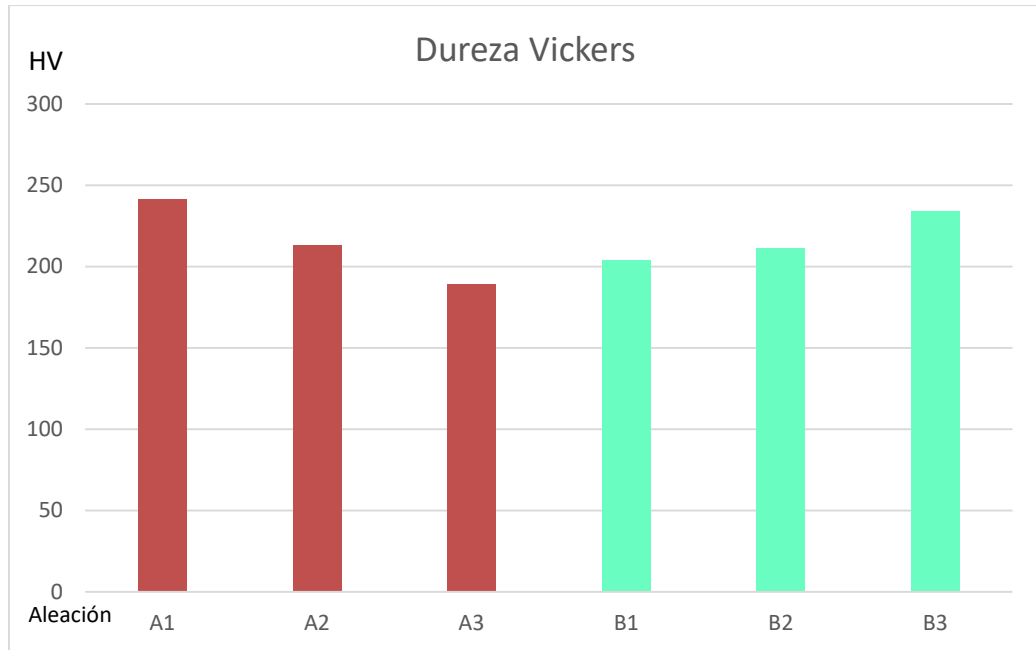
Tras un primer análisis se puede decir que los valores entre las escalas están dentro de los parámetros esperados, sin embargo, los valores de dureza más parecidos son los obtenidos con la dureza Vickers y el ensayo Rockwell. Se puede observar que los valores se encuentran más cercanos que los resultados mostrados con la microindentación.

Cabe destacar que la varianza de estos ensayos es mucho menor en el caso de dureza Rockwell. En el caso de microindentación se aprecia una varianza muy alta, ya que los valores muestran una gran dispersión.

La microdureza no es una medida muy fiable en este tipo de materiales tan blandos. Se realiza generalmente a otros materiales con mayor dureza o con unas capas superficiales que difieren de la base de la muestra.

## 5.5. Resultados

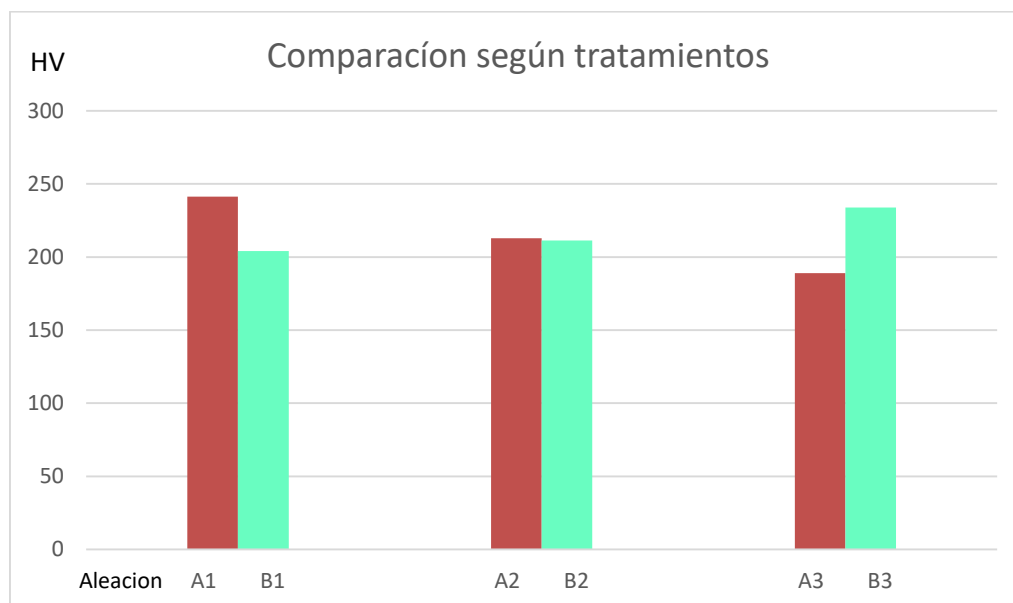
Con el fin de ser lo más objetivo posible, se toma como referencia la escala Vickers para analizar los resultados obtenidos.



*Imagen 44: Durezas Vickers obtenidas*

En cuanto a la aleación C95400, se observa cómo a medida que el enfriamiento es más lento se produce un ablandamiento de la muestra. La fase  $\beta$  retenida va desapareciendo a favor del crecimiento de fase  $\alpha$ , la cuál es más blanda. La velocidad de enfriamiento lenta provoca un efecto fuerte de revenido y simultáneamente un efecto suave de envejecimiento.

En la aleación C95500 el efecto que produce el enfriamiento lento es todo lo contrario, se parte de una muestra relativamente blanda la cuál se endurece a medida que se enfría más lento. El efecto predominante es el de envejecimiento de la aleación, en la cual aparecen mayor cantidad de precipitados que endurecen la muestra, lo cual disimula la transformación de fase  $\beta$  en fase  $\alpha$ .



*Imagen 45: Comparativa de durezas según tratamientos*

Tal y cómo muestran los resultados, las muestras A2 y B2 tienen una dureza similar, con unos valores de 212,75HV y 211,25HV respectivamente, sin embargo, al observar la microestructura en las imágenes se observa que son completamente diferentes. Es por ello, por lo que se deduce que los efectos de revenido en la aleación A y de envejecimiento en la aleación B han coincidido en ese valor.

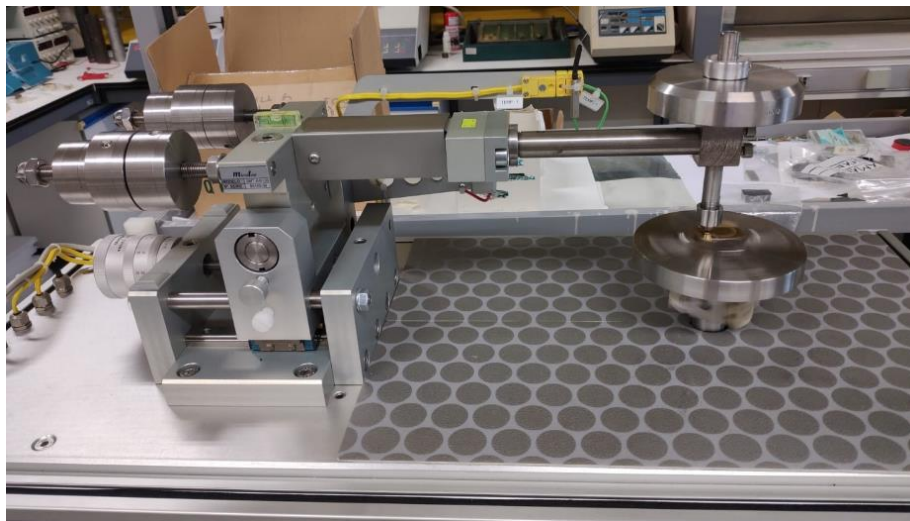
Se debe mencionar que tanto el efecto de revenido como el de envejecimiento aparecen en las dos aleaciones, sin embargo, en cada una de ellas un efecto es el predominante, camuflando el otro.

Comentar que con las probetas sin pulir las diferencias de durezas entre probetas era mucho mayor, con niveles que llegaban a los 400HV. Esto indica que la rugosidad superficial afecta significativamente a las medidas obtenidas.

## 6. ENSAYOS TRIBOLÓGICOS

Los ensayos tribológicos se realizan para poder observar el comportamiento de las aleaciones tanto al desgaste como a la fricción.

El tribómetro del que se dispone es del tipo pin on disk. Se puede observar en la Imagen 46. Este tipo de instrumentos consta de un plato giratorio sobre el que se deposita la muestra, a la cual se le aplica una carga vertical conocida con una excentricidad conocida.



*Imagen 46: Tribómetro utilizado*

Los ensayos se han realizado en el tribómetro que se encuentra en el laboratorio de materiales de la Upna. Para realizarlos se han seleccionado los siguientes parámetros:

- Velocidad de rotación: 150 rpm
- Fuerza vertical: 10N
- Nº de rotaciones: 5000
- Material de la bola: 100Cr6
- Diámetro de la bola 6mm

### 6.1. Preparación de muestras

Antes de realizar los ensayos es necesario la preparación de las muestras. Para ello, se ha cortado un pedazo de cada aleación a un grosor de unos 25-30mm. Se han mecanizado en una fresadora para asegurar la perpendicularidad en las caras de apoyo de las mordazas del tribómetro y se han rectificado. Con ello se consigue por una parte un buen paralelismo entre la cara de apoyo de la muestra y la de la cara de apoyo del contacto con la bola y por otro lado, un acabado superficial bueno, sin embargo, se decide pulir las muestras en la pulidora para evitar lo máximo posible la interferencia de rugosidad en el ensayo.

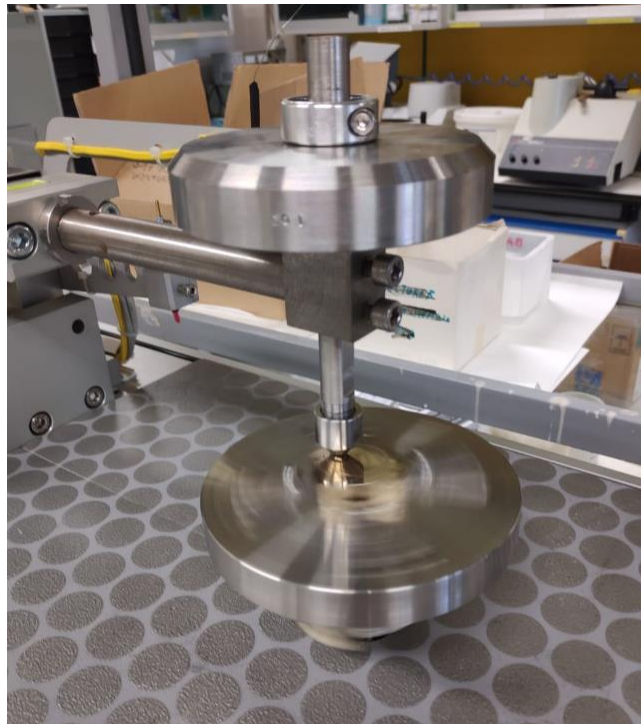


*Imagen 47: Fresado de una de las caras de una muestra en una fresadora manual Kondia*

Con el mecanizado conseguimos que las muestras tengan un paralelismo entre caras con una tolerancia de  $\pm 0.01\text{mm}$ , característica muy importante para evitar que la fuerza vertical se descomponga, además de evitar obtener aceleraciones verticales debido a la diferencia de alturas entre dos puntos de la muestra.

## 6.2. Procedimiento experimental

Para iniciar los ensayos es necesario realizar unos pasos previos. En primer lugar, se debe amarrar la muestra al disco giratorio mediante las mordazas, asegurándose de que no se mueve. En segundo lugar, se debe equilibrar el equipo, tanto en peso como en altura. El brazo debe quedar completamente horizontal sobre la muestra, además de que no debe ejercer ninguna fuerza sobre ella. De esta forma, al colocar el peso de 10N se asegurará de que la fuerza ejercida es la de la pesa colocada. Por último, se debe colocar la bola que hará contacto con la muestra en una posición en la que no haya hecho contacto previo con la muestra, es decir, que al inicio del ensayo no se encuentre desgastada.



*Imagen 48: Detalle del tribómetro en funcionamiento*

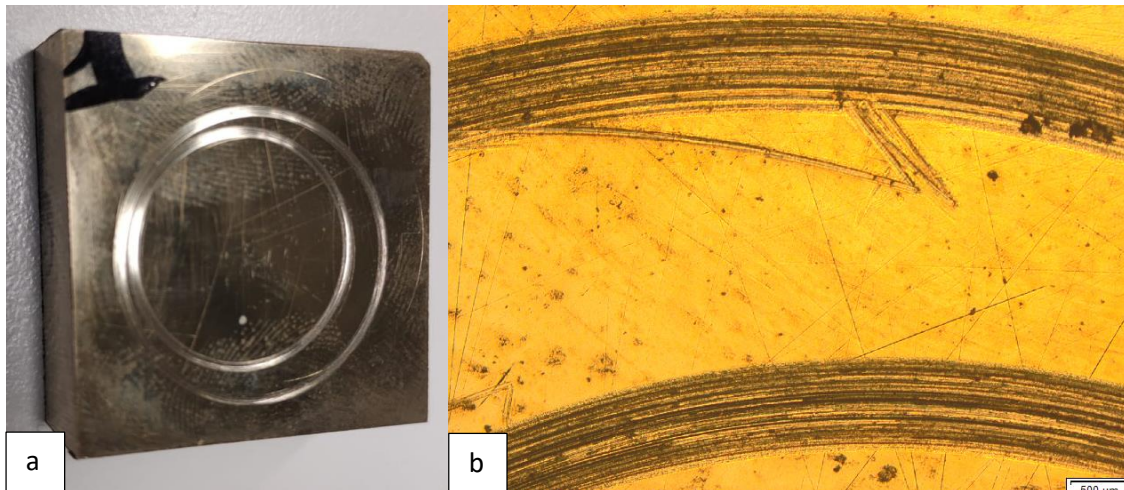
Una vez equilibrado y con la superficie de la bola de contacto virgen, se procede a colocar la pesa, en este caso de 10N y se colocan las protecciones de la máquina. Una vez realizado este último paso se proceden a definir los parámetros del ensayo en el software y se ejecuta el ensayo.



### 6.3. Análisis de las muestras

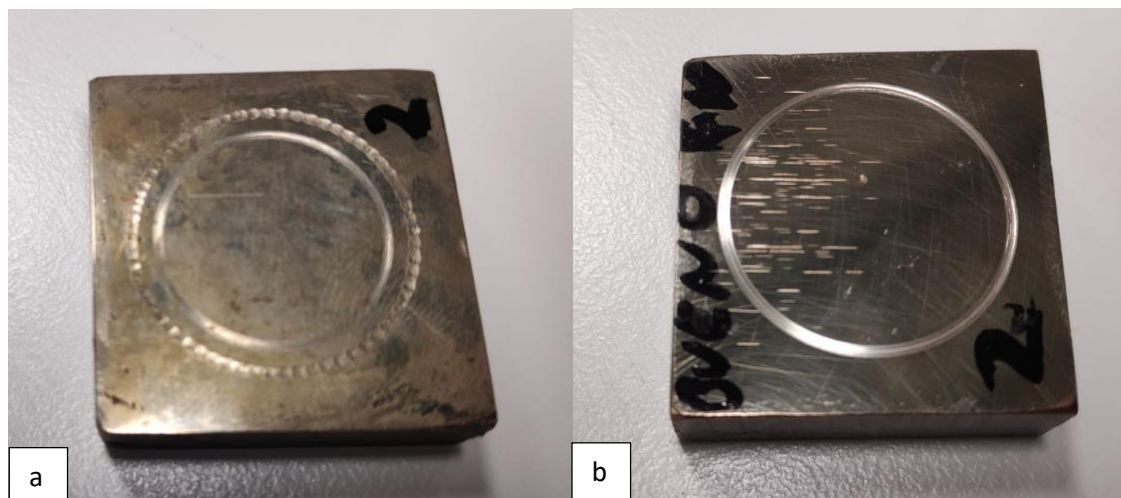
Una vez finalizados los ensayos las muestras se quedan tal y como se ven en las siguientes imágenes. Cabe destacar que hubo problemas con el tribómetro y por ello hay más huellas de las que hacían falta.

Como se puede observar en la Imagen 49, las huellas de radio 8 y de radio 10 se encuentran descentradas, esto es debido a que se retiró la muestra tras el primer ensayo y posteriormente se colocó para realizar el segundo ensayo, quedando excéntrica una sobre otra.



*Imagen 49: Detalle de la muestra A1 tras el ensayo, a) fotografía, b) microscopio óptico*

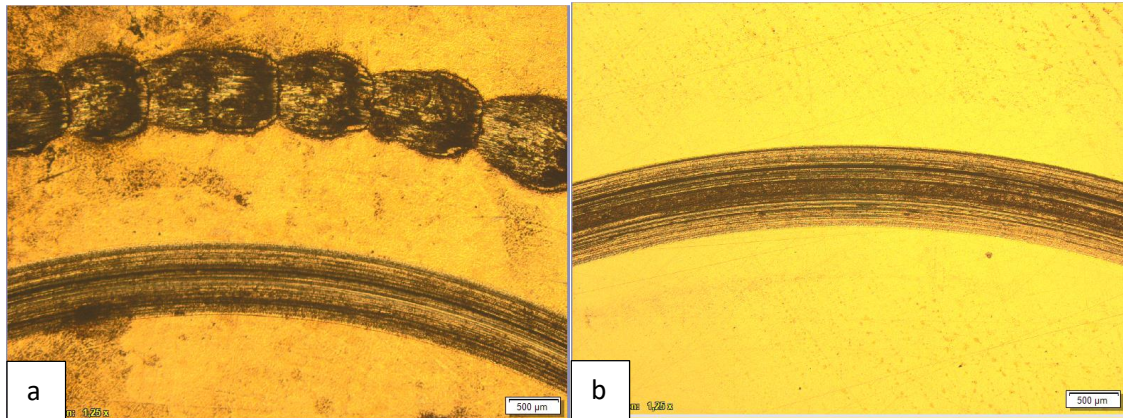
En este caso, en el ensayo de radio 10 el tribómetro se bloqueó, por ello se tuvo que repetir el ensayo en la cara posterior de la muestra. Se volvió a pulir toda la cara y se repitió el ensayo satisfactoriamente, dado lugar a la Imagen 50b, correspondiente al ensayo 3.



*Imagen 50: Detalle de la muestra A2 tras el ensayo, a) fotografía ensayos 1 y 2, b) fotografía ensayo 3*

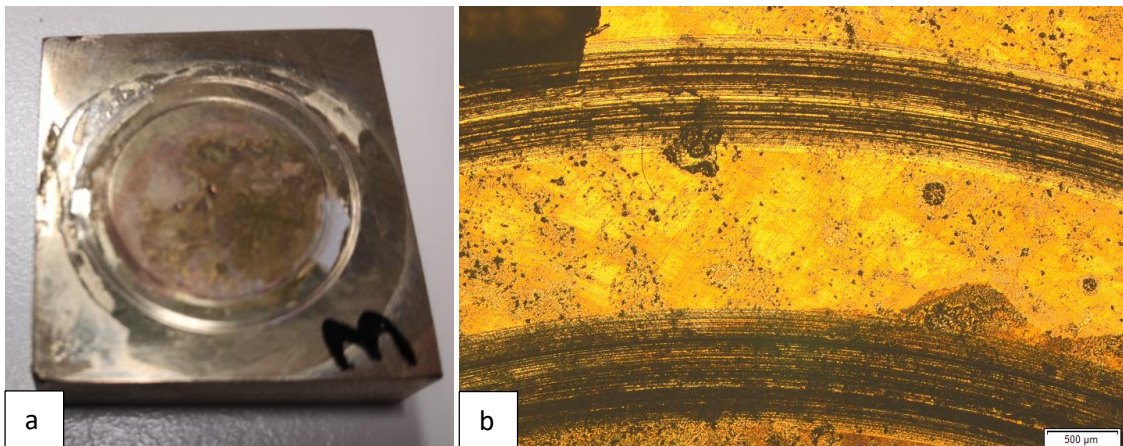


Debido a lo comentado anteriormente también se han realizado 2 imágenes al microscopio. Cabe destacar, que pese a que el ensayo de radio 10mm de la Imagen 51 no es válido, ya que no llegó a los 5000 ciclos, se puede apreciar que la probeta estaba sufriendo deformación plástica. Esto es común en este tipo de ensayos con materiales dúctiles.



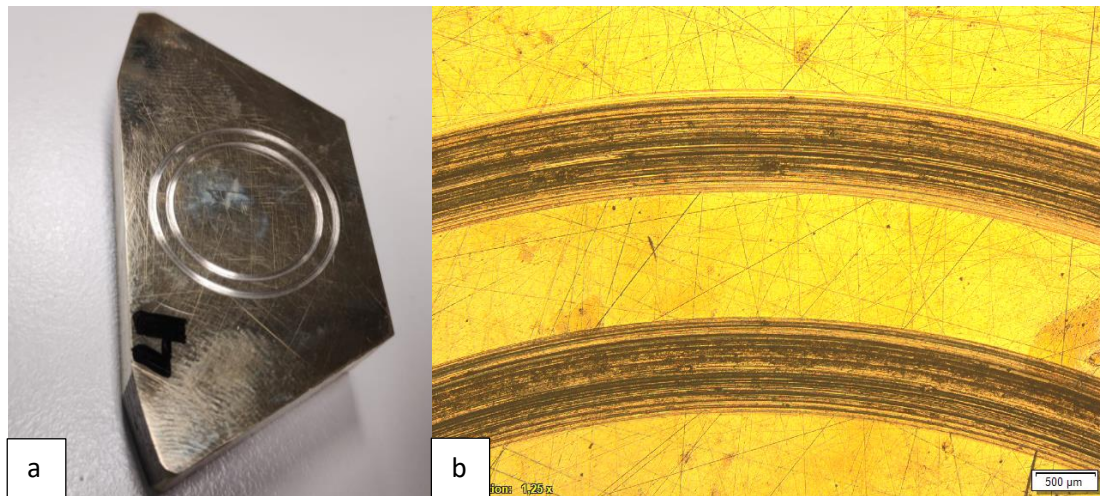
*Imagen 51: Detalle de la muestra A2 tras el ensayo en el microscopio óptico, a) ensayos 1 y 2, b) ensayo 3*

En la Imagen 52 se aprecia que las muestras están con adhesivo, esto es debido a un ensayo fallido, el cuál no interfiere en los resultados obtenidos.



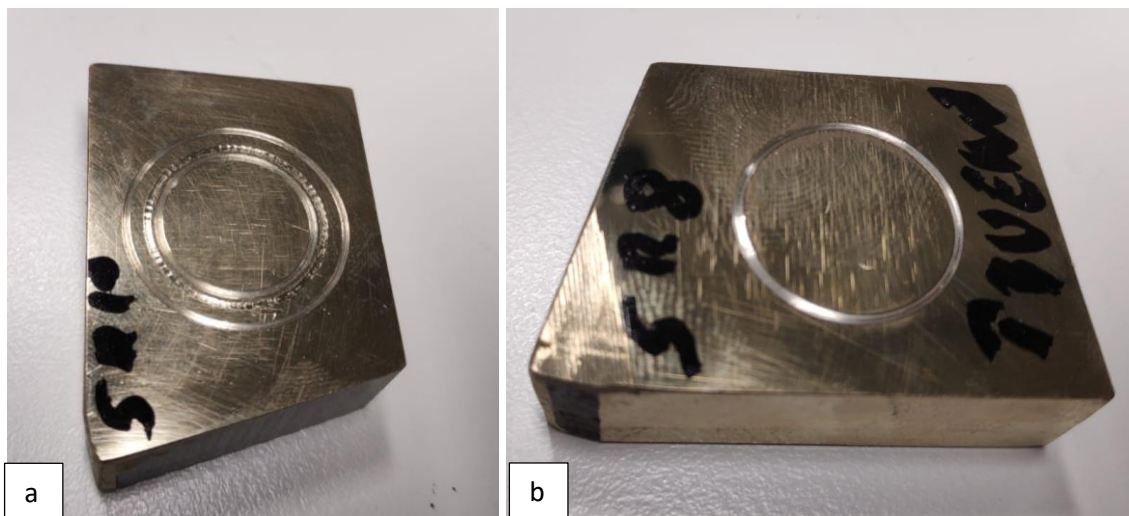
*Imagen 52: Detalle de la muestra A3 tras el ensayo, a) fotografía, b) microscopio óptico*

En la Imagen 53 se observan las muestras de la segunda aleación, la cual, a priori se comporta de la misma manera que la anterior, con unos ensayos limpios, ausentes de vibraciones ni de deformaciones plásticas.



*Imagen 53: Detalle de la muestra B1 tras el ensayo, a) fotografía, b) microscopio óptico*

La Imagen 54 corresponde con los ensayos de la aleación B2.



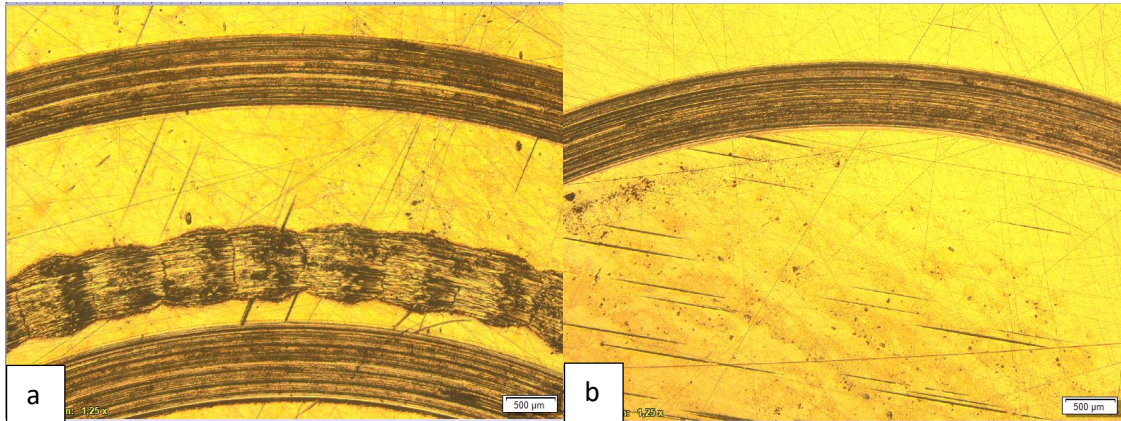
*Imagen 54: Detalle de la muestra B2 tras el ensayo, a) ensayos 1,2 y 3, b) ensayo 4 R = 8mm*

En la realización del ensayo con esta muestra hubo múltiples problemas, ya que no se llegaron a los 5000 ciclos en varias ocasiones. Se realizaron varios ensayos, con radio 10, el cuál salió bien, de radio 8, que no llegó a los ciclos deseados y además sufrió vibración y un ensayo de radio 7 mm, con el fin de estudiar el comportamiento del tribómetro antes de estropear el reverso de la muestra.



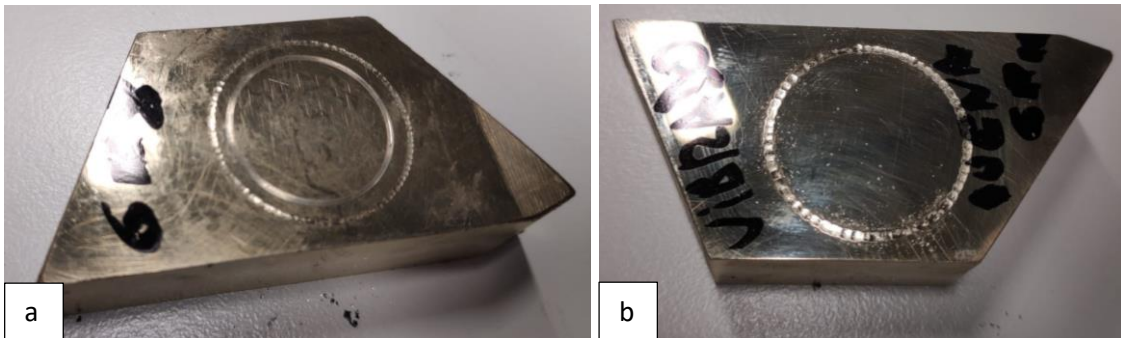
Finalmente se optó por repetir el ensayo de radio 8mm en el reverso de la muestra. Para ello hubo que pulir la cara.

Los resultados al microscopio óptico se muestran en la Imagen 55.



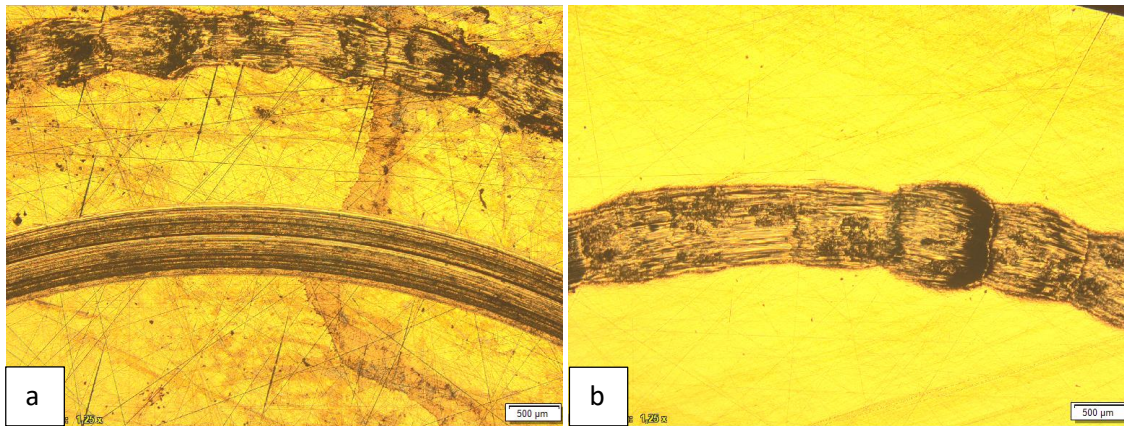
*Imagen 55: Detalle de la muestra B2 tras el ensayo en el microscopio óptico, a) ensayos 1,2 y 3, b) ensayo 4 R = 8mm*

En la muestra de la aleación B3 también se sufrió de problemas con el tribómetro, es por ello que también se decidió realizar un nuevo ensayo en el reverso de la muestra. Puede verse en la Imagen 56.



*Imagen 56: Detalle de la muestra B3 tras el ensayo, a) ensayos 1 y 2, b) ensayo 3 R = 10mm*

En esta aleación se producen dos ensayos en los que se encuentra deformación plástica. Esto provoca en el momento del ensayo vibraciones, las cuáles son fácilmente apreciables, debido a que produce un ruido con elevada intensidad, comparado con los ensayos en los que no se ha producido deformación plástica. El ruido es otro parámetro que se registra en los ensayos tribológicos, sin embargo, en este caso no se disponía de capacidad para registrarlo. Además, adquiere mayor interés con muestras que posean capas con composiciones diferentes de material, tales como recubrimientos. Pueden apreciarse los efectos de la vibración en la Imagen 57.



*Imagen 57: Detalle de la muestra B3 tras el ensayo en el microscopio óptico, a) ensayos 1 y 2, b) ensayo 3 R = 10mm*

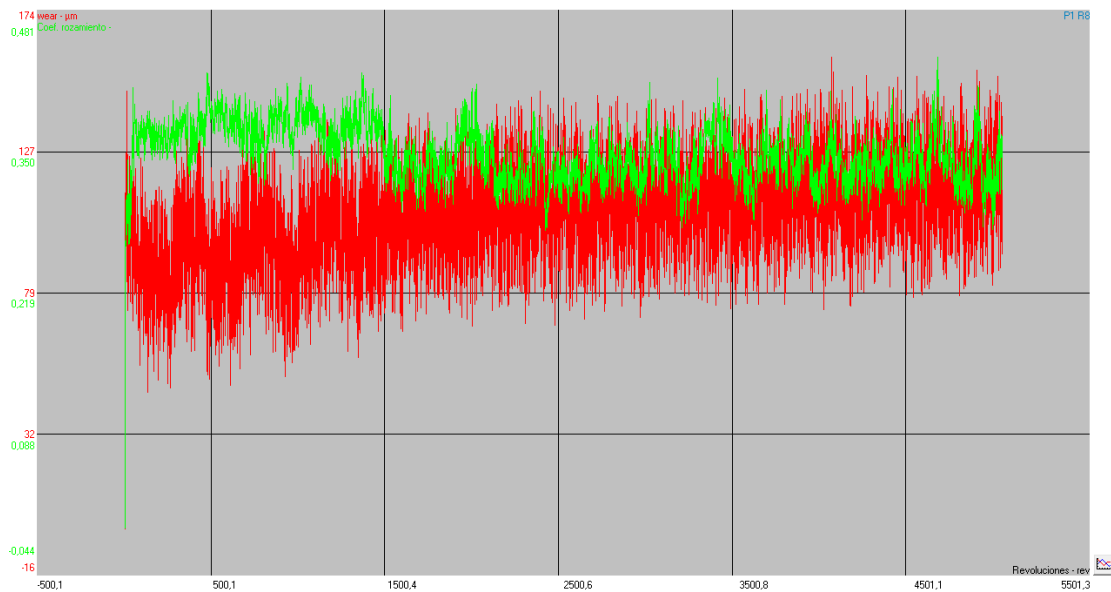
## 6.4. Resultados

A continuación se expondrán los datos obtenidos de los ensayos de tribología realizados sobre las diferentes muestras de los NAB. Se debe comentar que los estudios de tribología son muy variables con las condiciones, por lo que para obtener unas conclusiones válidas se deben hacer gran cantidad de ensayos, por lo que estos resultados se deben mostrar como orientativos.

### 6.4.1. Graficas de desgaste

Con ayuda del software del tribómetro se han obtenido diferentes gráficas que muestran la fuerza de rozamiento y desgaste con respecto a las vueltas que da la muestra.

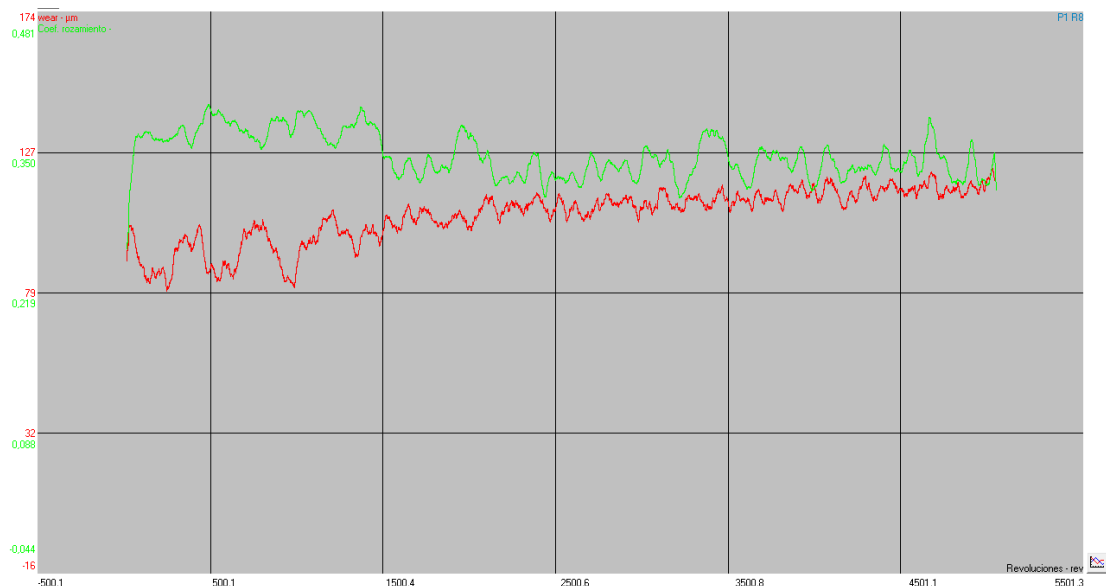
En la Imagen 58 se aprecian los datos obtenidos durante un ensayo de tribología. Los resultados son confusos debido a la gran cantidad de datos, ya que no deja ver con claridad la línea de tendencia. Aun así, se aprecia cómo aumenta el desgaste, desde el inicio del ensayo hasta el final.



*Imagen 58: Gráfica obtenida de un ensayo de tribología*



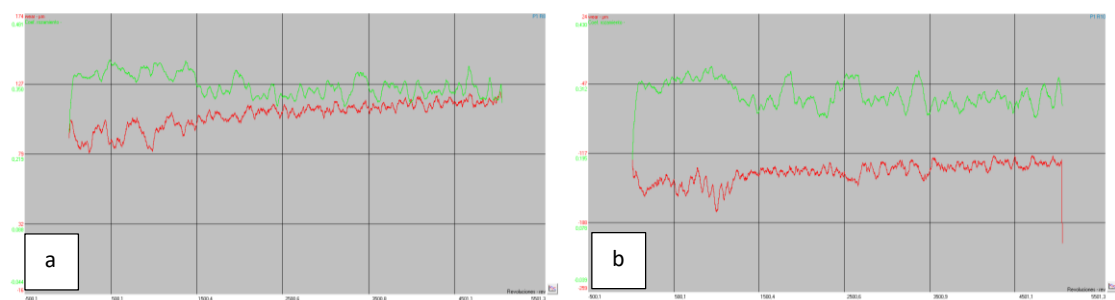
Como se puede ver en la Imagen 59: Gráfica procesada de un ensayo de tribología, se puede observar con más calidad los datos obtenidos de los ensayos. El software del tribómetro permite aplicar filtros a los resultados para observar mejor la evolución de los parámetros, por ello se mostrarán en el estudio las gráficas de este tipo.



*Imagen 59: Gráfica procesada de un ensayo de tribología*

Se aprecia como aumenta el desgaste, pero no de manera progresiva. Esto es debido a que al principio la bola tiene menos contacto y la presión es mayor que con una huella más grande.

A continuación, se muestran las gráficas correspondientes a los ensayos, Imagen 60, Imagen 61, Imagen 62, Imagen 63, Imagen 64, e Imagen 65. La línea verde muestra la evolución del coeficiente de rozamiento durante el ensayo, mientras que la línea roja muestra la evolución del desgaste.



*Imagen 60: Gráfica de la muestra A1 con radio 8mm (a) y radio 10mm (b)*

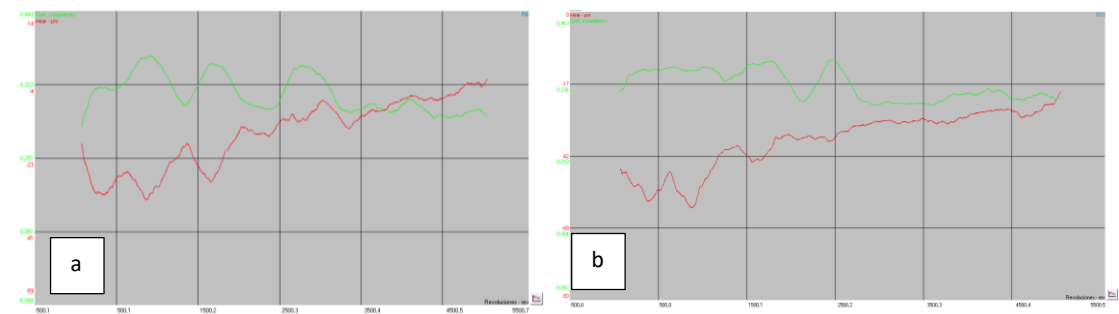


Imagen 61: Gráfica de la muestra A2 con radio 8mm (a) y radio 10mm (b)

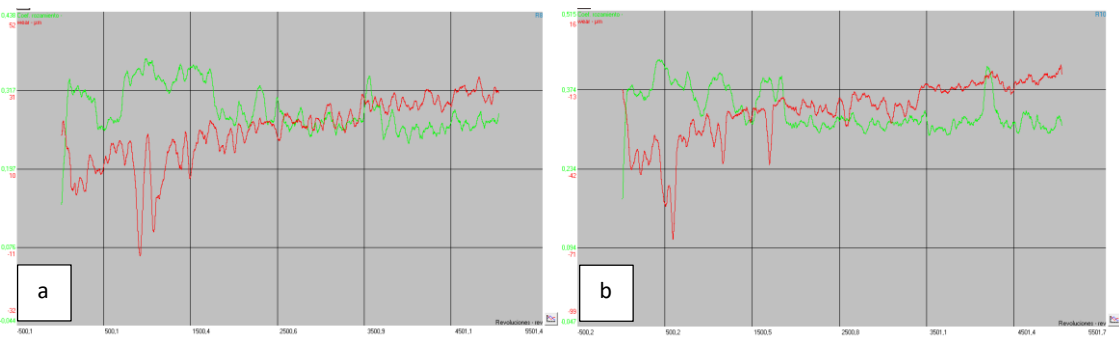


Imagen 62: Gráfica de la muestra A3 con radio 8mm (a) y radio 10mm (b)

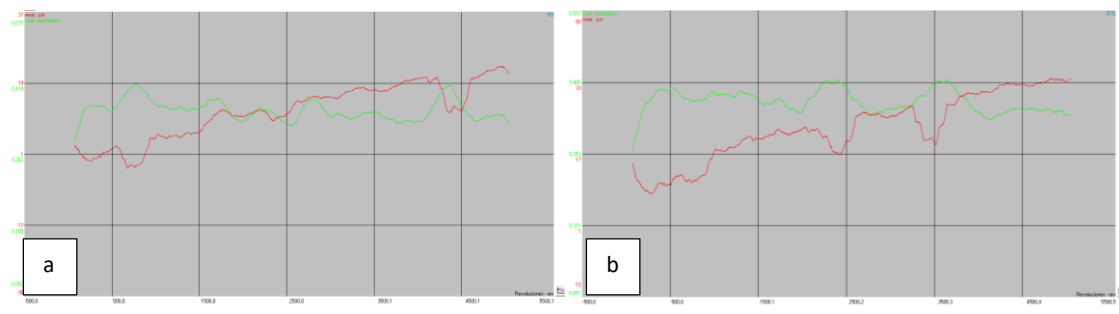


Imagen 63: Gráfica de la muestra B1 con radio 8mm (a) y radio 10mm (b)

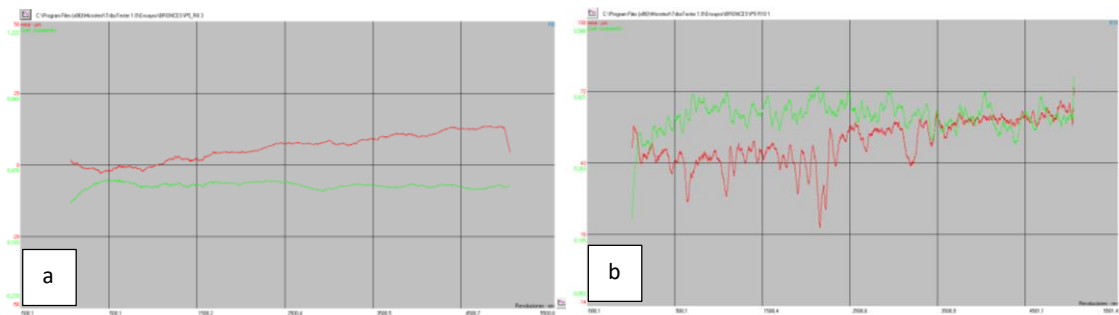
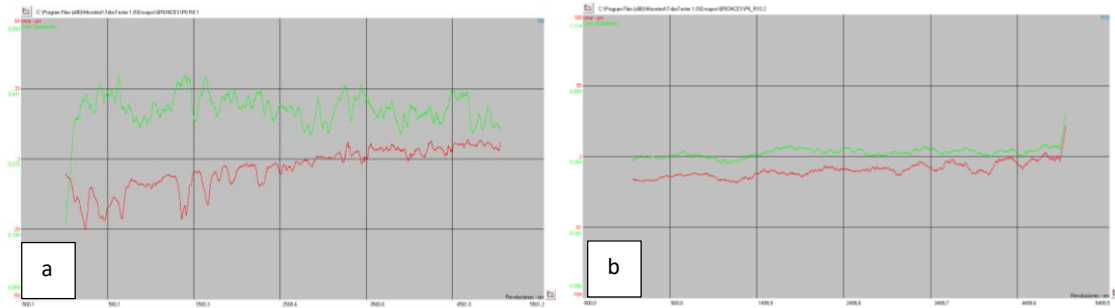


Imagen 64: Gráfica de la muestra B2 con radio 8mm (a) y radio 10mm (b)



*Imagen 65: Gráfica de la muestra B3 con radio 8mm (a) y radio 10mm (b)*

Las gráficas mostradas corresponden con los ensayos realizados satisfactoriamente. Tal y como se ha comentado anteriormente, los ensayos tribológicos son muy sensibles a los factores de los ensayos, es por eso que se observa una gran variabilidad en la obtención de datos, aunque se correspondan con dos ensayos diferentes realizados sobre la misma cara de la muestra.

Los valores del coeficiente de rozamiento se encuentran sobre el 0.3 generalmente y se mantiene estable, aunque en algunas ocasiones aumenta o disminuye a medida que avanza el ensayo.

Los valores de desgaste aumentan a medida que avanza el ensayo. Se va arrancando material a cada vuelta. En las primeras revoluciones el contacto entre la bola y la muestra es menor, por lo que se produce una mayor presión entre la bola y la muestra. Esto produce un desgaste más rápido al inicio del ensayo. A medida que la bola penetra en la muestra hay más superficie de contacto, menos presión y por tanto la velocidad de desgaste también es menor.

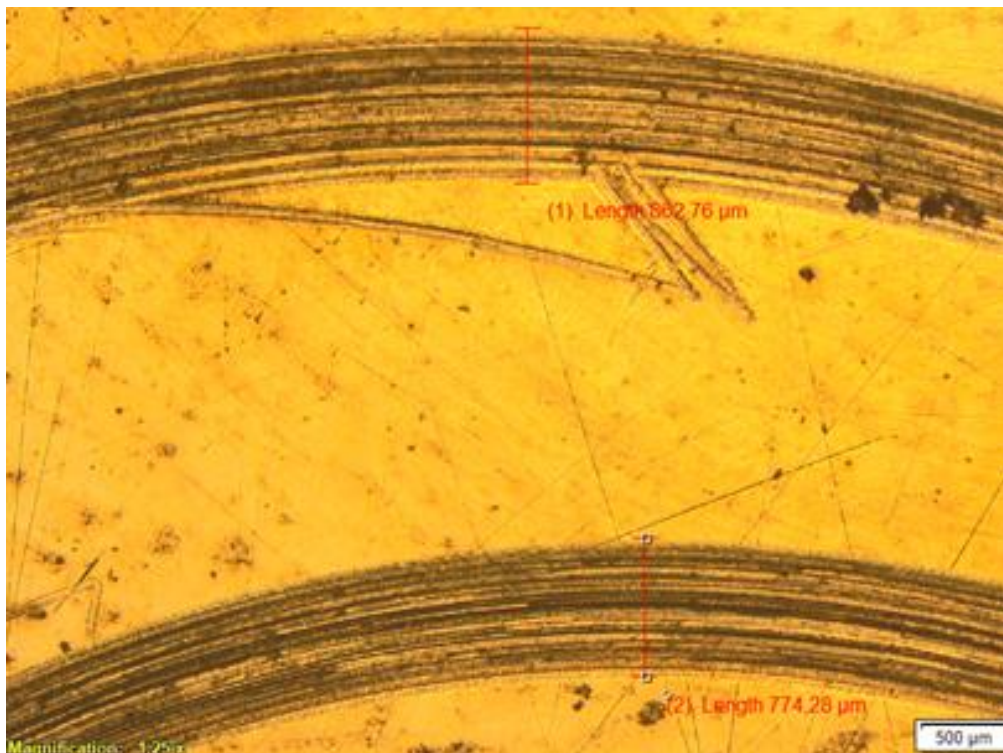
#### 6.4.2. Volumen perdido

El volumen perdido es un indicativo del grado de dureza y de la resistencia al desgaste que posee un material. El cálculo del mismo podría realizarse con la variación del peso de la muestra y la densidad, con la variación del eje Z del tribómetro y con la medición de la anchura.

La medición mediante variación del eje Z no posee gran exactitud, esto es debido a que la bola que contacta con la muestra también se desgasta. La variación de pesos necesita tomar varias medidas, de peso y de densidad, lo que induce a mayor error, es por ello que para cuantificar el volumen perdido se procederá tal y como se ha comentado en el estado del arte.

La mayoría de los parámetros necesarios son conocidos, el único que no es conocido son la anchura de las huellas. Para obtener estas medidas se utiliza el microscopio óptico utilizado en metalografía con apoyo del software.

En la Imagen 66 se puede observar la anchura de las huellas correspondiente a la muestra A1. Se aprecian tanto la producida en el ensayo de radio 10mm como la del ensayo de radio 8mm.



*Imagen 66: Medición de la anchura de las huellas tribológicas*

Con la anchura de las huellas ya se pueden obtener los valores de las ecuaciones de tribología. Para el volumen se ha calculado con las dos ecuaciones. El resultado de la ecuación 1 es válido, ya que los resultados de anchura de la huella entre el radio de la esfera son próximos a 0.3, sin embargo, se opta por la Ecuación 2 debido a que su resultado es más exacto. Los resultados pueden apreciarse en la Tabla 21 y Tabla 22.

	Muestra A1		Muestra A2		Muestra A3	
Radio ensayo (mm)	10	8	10	8	10	8
Anchura de huella ( $\mu\text{m}$ )	862,76	796,40	832,35	779,81	812,99	774,28
Desgaste Ecuación 1 ( $\text{mm}^3$ )	1,12085	0,70528	1,00646	0,66212	0,93785	0,64813
Track with/Sphere radius	0,28759	0,26547	0,27745	0,25994	0,27100	0,25809
Desgaste Ecuación 2 ( $\text{mm}^3$ )	1,12788	0,70904	1,01233	0,66550	0,94307	0,65140
Wear rate	3,59E-04	2,82E-04	3,22E-04	2,65E-04	3,00E-04	2,59E-04

Tabla 21: Datos obtenidos de los ensayos tribológicos, aleación A

	Muestra B1		Muestra B2		Muestra B3	
Radio ensayo (mm)	10	8	10	8	10	8
Anchura de huella ( $\mu\text{m}$ )	807,48	799,16	785,34	768,75	777,04	741,09
Desgaste Ecuación 1 ( $\text{mm}^3$ )	0,91891	0,71264	0,84538	0,63434	0,81886	0,56830
Track with/Sphere radius	0,26916	0,26639	0,26178	0,25625	0,25901	0,24703
Desgaste Ecuación 2 ( $\text{mm}^3$ )	0,92395	0,71647	0,84976	0,63749	0,82302	0,57093
Wear rate	2,94E-04	2,85E-04	2,70E-04	2,54E-04	2,62E-04	2,27E-04

Tabla 22: Datos obtenidos de los ensayos tribológicos, aleación B



Los valores de volumen perdido se han representado en la Imagen 67 e Imagen 68.

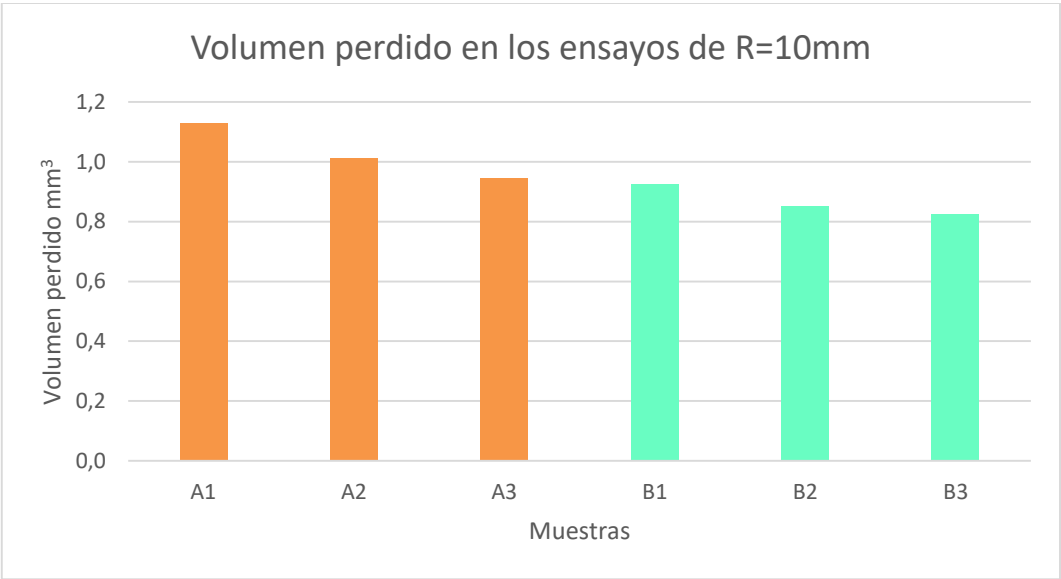


Imagen 67: Volumen perdido en los ensayos de R=10mm

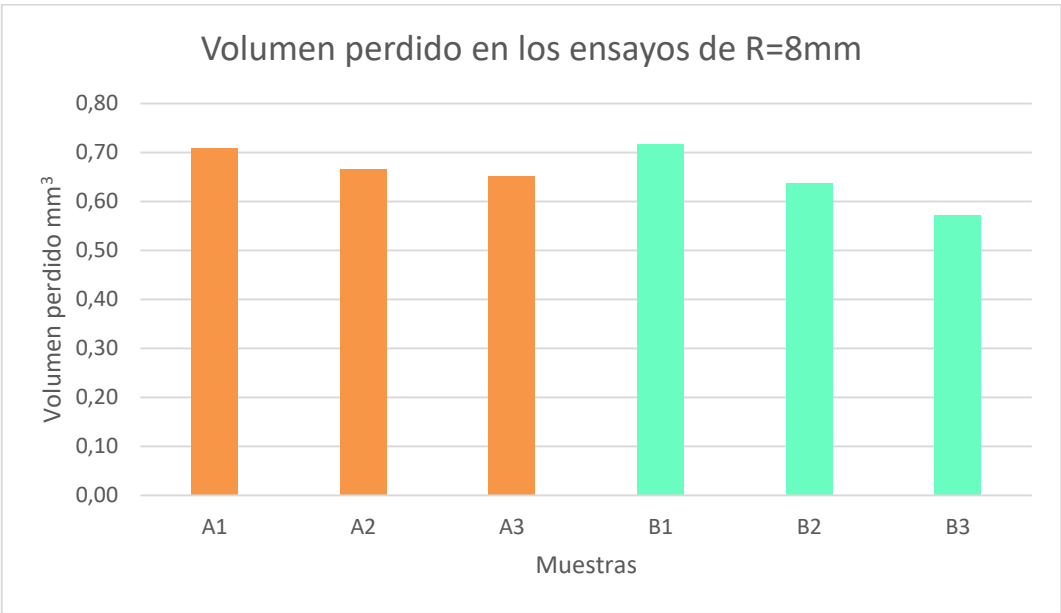
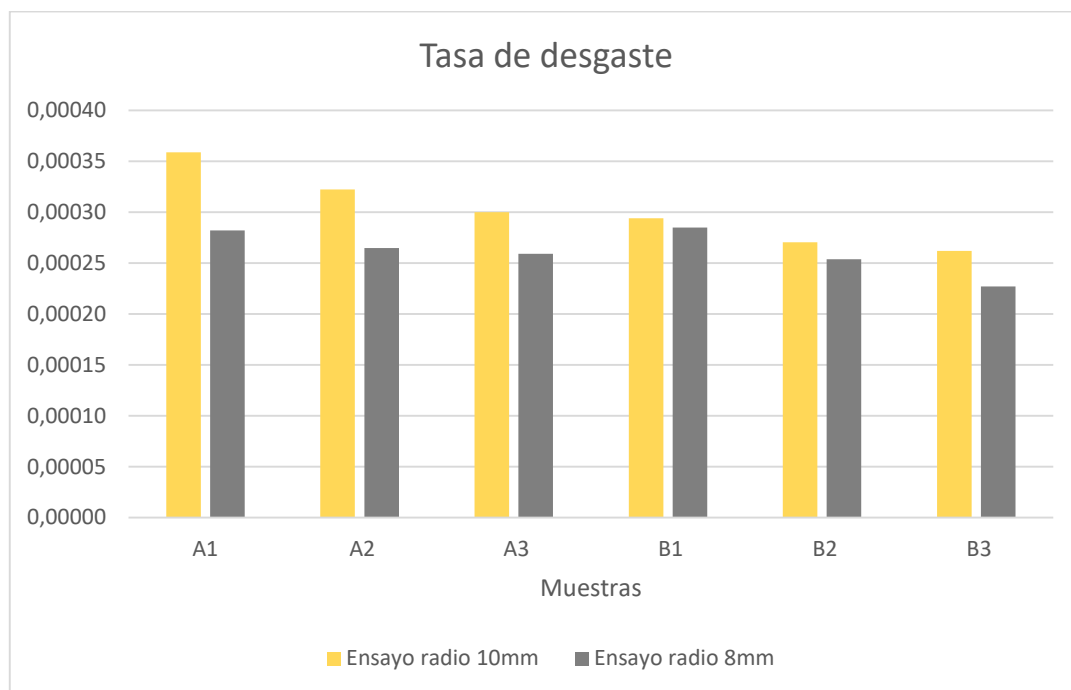


Imagen 68: Volumen perdido en los ensayos de R=8mm

A través de los datos obtenidos, se puede observar que el desgaste de la aleación A es mayor que el producido en la aleación B, tanto en los ensayos de radio 10mm como en los de 8mm.

En el caso de la aleación B la dureza es mayor, lo que evita en mayor medida el desgaste, sin embargo, en la aleación A conforme se realiza el tratamiento la dureza decae, es por ello que el desgaste disminuye debido a la homogenización de la microestructura. Debido a esto, se debe mencionar que en cada aleación los mecanismos que evitan el desgaste actúan de manera muy diferente.

A continuación se puede observar la gráfica de la tasa de desgaste en la Imagen 69.



*Imagen 69: Tasa de desgaste de los ensayos tribológicos*

Al igual que en las gráficas de volumen perdido, la tasa de desgaste nos indica el mismo comportamiento tribológico, por lo que se llega a la conclusión de que la velocidad de enfriamiento de las aleaciones influye en el resultado de desgaste, siendo más beneficioso cuanto menor es la velocidad de enfriamiento.

## 7. ESTUDIO DE LA RESISTENCIA A CORROSIÓN

Para medir la capacidad de resistencia a la corrosión de las aleaciones se han realizado dos tipos de ensayos. En primer lugar se ha realizado un ensayo de inmersión en cloruro sódico y en segundo lugar se ha realizado un ensayo de niebla salina.

### 7.1. ENSAYO DE CORROSIÓN EN INMERSION

Con el fin de determinar la capacidad para evitar la corrosión en un medio marino se ha realizado este ensayo, sumergiendo las muestras sobre cloruro sódico.

#### 7.1.1. Preparación de las muestras

Para preparar las muestras se ha obtenido dos pedazos de cada muestra, obteniendo un total de 12 probetas.

El corte se ha llevado a cabo en los talleres de la UPNA, en los cuáles el personal se ha encargado de cortado mediante sierra mecánica probetas de unos 15x11x11mm, aunque al ser cortados a mano, la variabilidad es amplia, desde los 11,34g hasta los 23,159g.

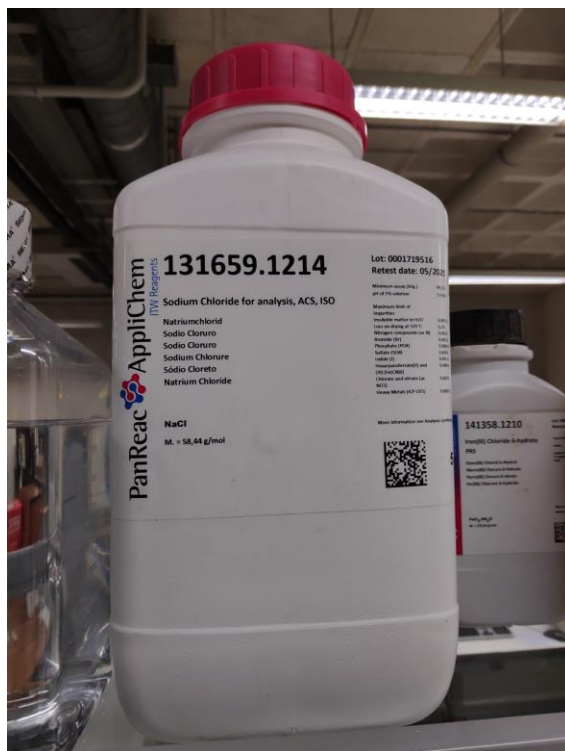
#### 7.1.2. Procedimiento experimental

Tras la preparación de las muestras, se necesita pesarlas para saber posteriormente la pérdida de material debido a la corrosión. Para ello se pesa cada una de las muestras en una balanza especial Mettler Toledo, Imagen 70.



*Imagen 70: Balanza XPE Mettler Toledo*

Una vez pesadas las muestras se colocan en un recipiente de vidrio y se llena con una disolución de cloruro sódico 3.5%. Para ello se disuelven 117,75 gramos de NaCl en 1000 ml de agua.



*Imagen 71: Cloruro sódico utilizado para la disolución*

Para realizar la disolución se ha tomado un litro de agua como referencia y se han calculado los gramos de NaCl tal y como se muestra a continuación.

$$3,5 = \frac{\text{mol NaCl}}{\text{mol NaCl} + \text{mol H}_2\text{O}} \cdot 100$$

De la siguiente fórmula se despejan los moles de NaCl, quedando como resultante esta ecuación:

$$\text{mol NaCl} - 0,035 \text{ mol NaCl} = 0,035 \text{ mol H}_2\text{O}$$

$$0,965 \text{ mol NaCl} = 0,035 \text{ mol H}_2\text{O}$$

Tomando que un litro de agua equivale a un kilogramo de agua se pueden obtener los moles de agua:

$$1000 \frac{g}{H_2O} \cdot \frac{1}{18 \frac{g}{mol}} = 55,555 mol H_2O$$

Despejando de la fórmula:

$$mol NaCl = \frac{0.035 \cdot 55,555}{0.965} = 2,01496 mol NaCl$$

Para obtener los gramos de NaCl:

$$2,01496 mol NaCl \cdot \frac{58,44g}{mol NaCl} = 117,75 g NaCl$$

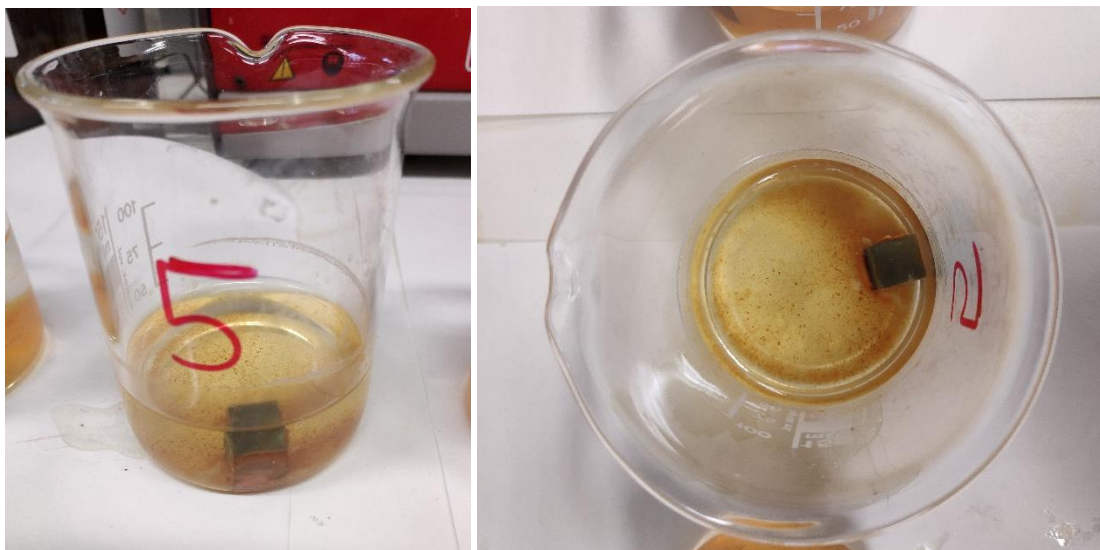
Tras realizar la disolución, las muestras cortadas se sumergen en ella durante un periodo de 30 días.



### 7.1.3. Análisis de las muestras

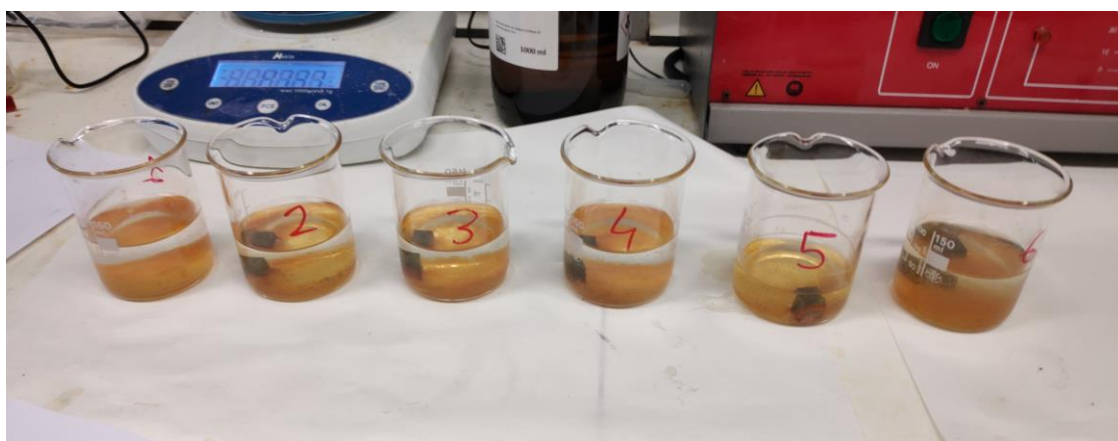
A continuación, se pueden observar las imágenes de las muestras sumergidas en la disolución de cloruro sódico tras los 30 días sumergidas. Las imágenes son de las muestras momentos antes de proceder a la limpieza de los óxidos.

En la Imagen 72 se aprecia la muestra nº5 con gran cantidad de óxido de color rojizo, esto es debido a que los óxidos formados son de  $\text{Cu}_2\text{O}$ . También se aprecian gran cantidad de óxidos desprendidos de la capa que rodea la muestra.



*Imagen 72: Muestra correspondiente a la aleación A3*

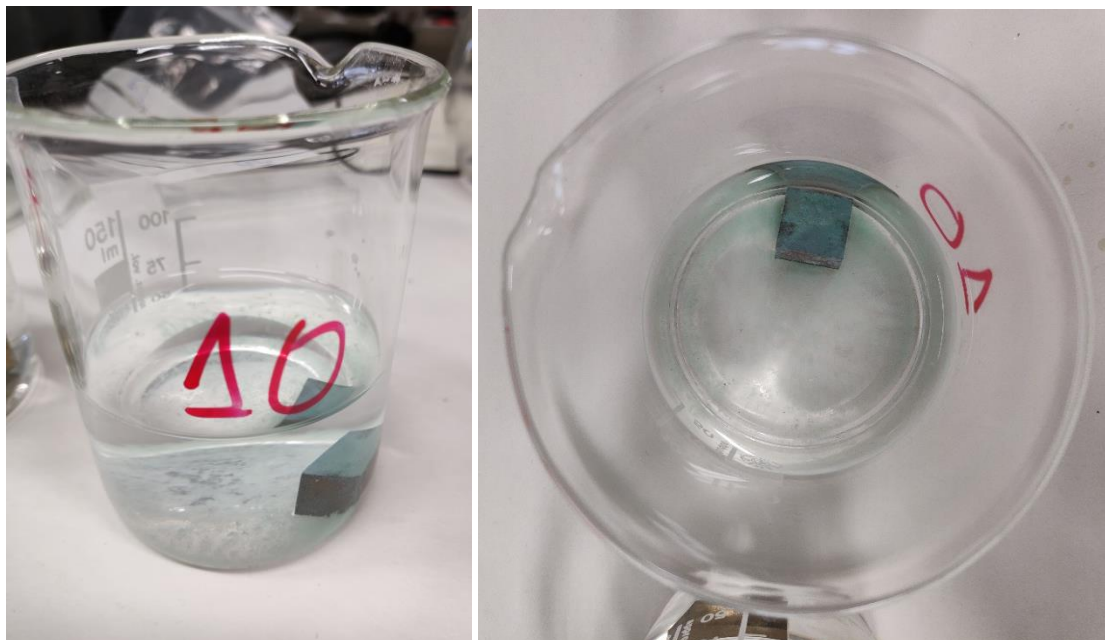
Las muestras de la aleación A tras la inmersión se pueden observar en la Imagen 73.



*Imagen 73: Muestras tras el ensayo de inmersión, aleación A*

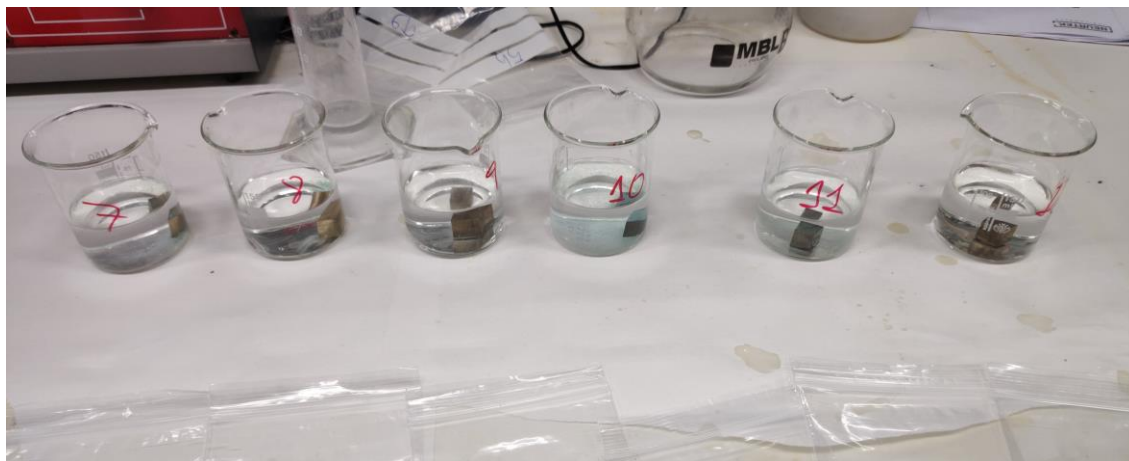
Los óxidos en la aleación A son semejantes, no se aprecia a simple vista diferencia entre los diferentes tratamientos térmicos.

En la Imagen 74 se aprecian óxidos de color verde en la muestra, esto quiere decir que están formados  $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$ . La costra de óxido es menor a la aparecida en la otra aleación, además, los óxidos se muestran más compactos. También se encuentran dispersos por la disolución, pero en menor medida que en las aleaciones C95400.



*Imagen 74: Muestra correspondiente a la aleación B2*

Las muestras de la aleación B se pueden ver en la Imagen 75.

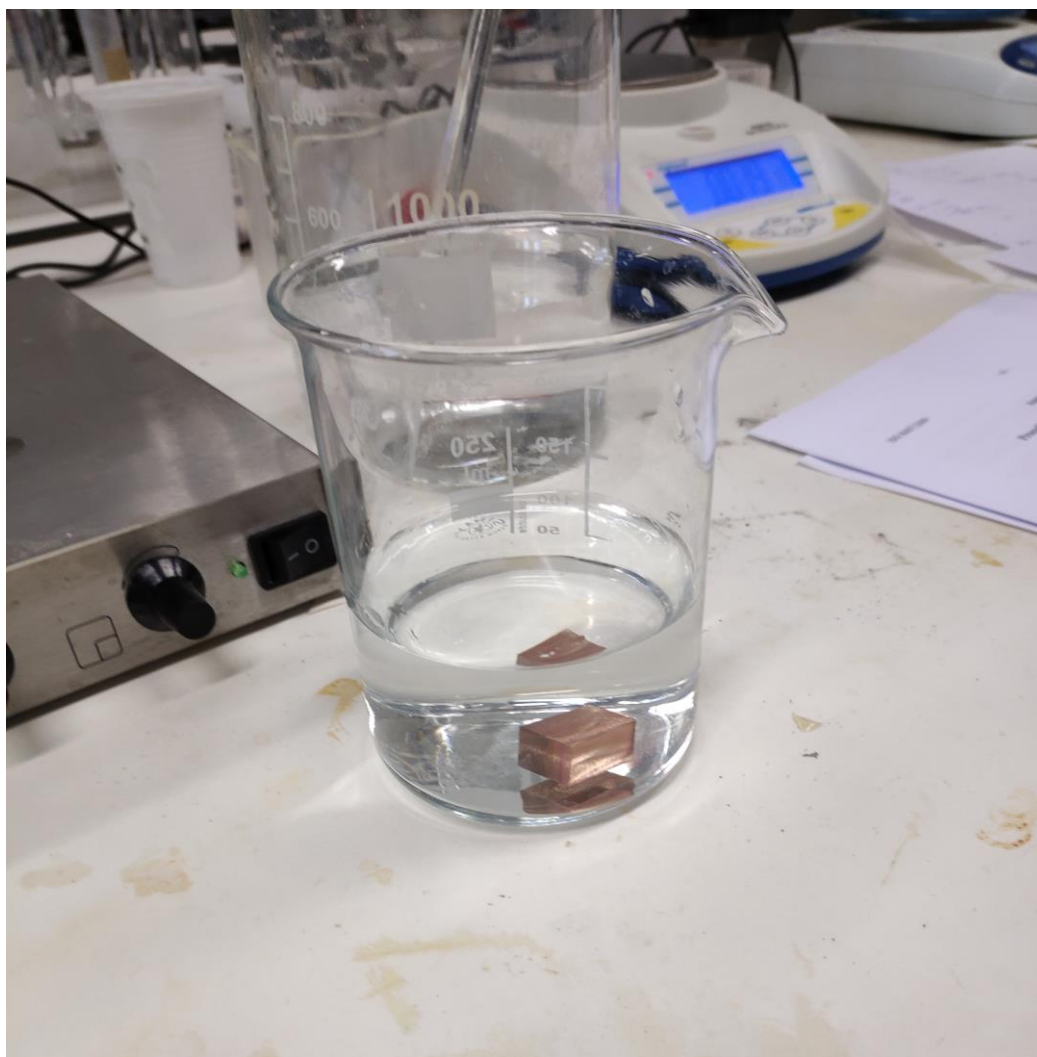


*Imagen 75: Muestras tras el ensayo de inmersión, aleación B*

Se observan los óxidos en color verde. Se ve a simple vista que la generación de óxidos es mucho menor que los de la aleación A. No se aprecia que tratamiento favorece más la corrosión en una primera inspección.

Tras obtener las muestras corroídas, es necesario eliminar los productos de corrosión. Para ello, se consulta la norma ASTM [25], se decide utilizar ácido clorhídrico para eliminar la capa, para ello se disuelven 100 ml de HCl sobre 100 ml de H<sub>2</sub>O. Hay que tener cuidado extremo para evitar eliminar material de la base que no se haya corroído.

A continuación, se puede observar una muestra en proceso de limpieza en la Imagen 76. Tras la eliminación de los primeros óxidos, se vuelve a cubrir con la disolución de limpieza hasta que se elimina por completo todo el material corroído. Tras limpiar las muestras se procede a pesarlas en la balanza de precisión.



*Imagen 76: Muestra en la disolución de HCl para la eliminación de los óxidos*

#### 7.1.4. Resultados

A continuación, se muestran los resultados obtenidos tras los ensayos de inmersión en NaCl de las dos aleaciones, en la Tabla 23 y Tabla 24. La densidad se ha medido antes de realizar el ensayo.

	Muestra A1		Muestra A2		Muestra A3	
	1	2	3	4	5	6
Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	7,375	7,426	7,413	7,401	7,427	7,362
Peso inicial (g)	13,1654	11,3520	14,0415	13,5435	10,1146	14,8496
Peso final (g)	13,1550	11,3408	14,0336	13,5351	10,1052	14,8386
Peso perdido	0,079%	0,099%	0,056%	0,062%	0,093%	0,074%

Tabla 23: Tabla de densidades y pesos de las muestras de la aleación A

Como se aprecia en la Tabla 23, la densidad de la aleación C95400 oscila entre los 7,362 y 7,427g/cm<sup>3</sup>, claramente inferior a el cobre puro, el cual tiene unos 8,90g/cm<sup>3</sup>. La alta presencia de aluminio en la aleación baja la densidad.

El peso perdido en estas muestras varía entre el 0,056 y el 0,099%. Se encuentra cercano al 0,1%, excepto en la muestra A2, donde se encuentran los valores más bajos. Los óxidos son de color rojo, procedentes del Cu<sub>2</sub>O.

	Muestra B1		Muestra B2		Muestra B3	
	7	8	9	10	11	12
Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	7,515	7,489	7,501	7,474	7,493	7,500
Peso inicial (g)	14,4905	23,1594	19,2387	17,0740	13,1000	9,9980
Peso final (g)	14,4869	23,1568	19,2356	17,0603	13,0993	9,9958
Peso perdido	0,025%	0,011%	0,016%	0,080%	0,005%	0,022%

Tabla 24: Tabla de densidades y pesos de las muestras de la aleación B

La densidad de la aleación C95500 es ligeramente superior a la C95400. Su valor se encuentra por los 7,5 g/cm<sup>3</sup>, sobre una décima superior. Esto es debido a que su composición posee menos aluminio y además contiene más porcentaje de níquel.

Los valores de pérdida de peso son mucho menores que en la aleación C95400. En el mejor de los casos, la pérdida es de unas 20 veces menor, siendo las muestras B1 y B3 las mejores para este tipo de corrosión. Cabe destacar que hay mucha variabilidad en los resultados.

En la Imagen 77, el gráfico de masa perdida muestra cómo la aleación C95500 es claramente superior en cuanto al comportamiento de corrosión. En la muestra 10, correspondiente a una de las muestras de la aleación B2, se encuentra un valor superior de pérdida de material, esto puede ser por un error o por una presencia anómalamente superior de una fase más susceptible a la corrosión.



*Imagen 77: Comparación de pérdida de masa*



## 7.2. ENSAYO DE CORROSIÓN EN NIEBLA SALINA

Con el fin de observar el modo de corrosión de las muestras de las aleaciones se decide realizar el ensayo de corrosión de niebla salina.

### 7.2.1. Preparación de las muestras

Para la realización del ensayo se han cortado trozos de la propia muestra a mano, ya que el objetivo de este ensayo es estudiar la forma de corrosión en las aleaciones. Las dimensiones aproximadas de las probetas son de 20x5x5mm, aunque las dimensiones varían debido a la imprecisión del corte a mano.

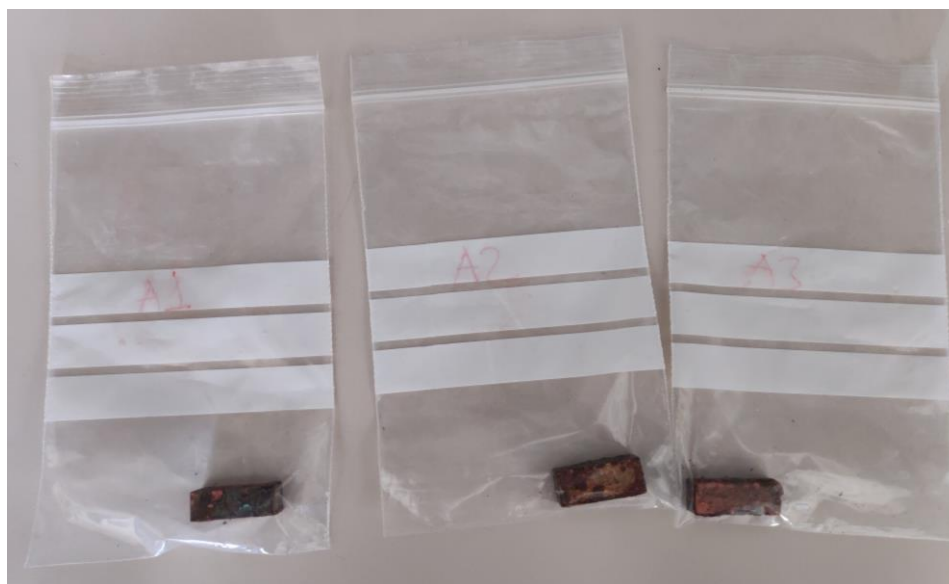
### 7.2.2. Procedimiento experimental

Las muestras son colocadas en la cámara de niebla salina (Imagen 78) con una identificación de cada una de ellas. Se dejan en un ambiente corrosivo, con una humedad del 100%, temperatura de 37°C y concentración de NaCl del 5% en peso durante 30 días [26]. Estos parámetros son los indicados en la norma ASTM B-117.



*Imagen 78: Cámara de niebla salina CCI*

A continuación, se observan las imágenes de las muestras tras permanecer un periodo de tiempo de 30 días en la cámara de niebla salina, Imagen 79.



*Imagen 79: Muestras de la aleación C95400 tras el ensayo de niebla salina*

A priori, las muestras de la aleación C95400 se aprecian con óxidos de color rojizo, del mismo color que en el ensayo de inmersión, los cuales se desprenden muy fácilmente de las muestras.

Las muestras de la aleación C95500, Imagen 80, muestran óxidos de color verdoso mucho mejor adheridos a las muestras. Se aprecia que las muestras se encuentran menos deterioradas.



*Imagen 80: Muestras de la aleación C95500 tras el ensayo de niebla salina*

Con el fin de inspeccionar los óxidos en el microscopio óptico se colocan las muestras en una sierra Isomet Buehler de corte lento, Imagen 81. Con el corte lento se consigue no calentar la muestra, además, se prescinde del refrigerante (agua) para evitar el desprendimiento de los óxidos de las muestras.



*Imagen 81: Sierra de corte lento Isomet Buehler*

Tras ser cortadas, se comprueba que no se ha desprendido el óxido de las muestras. En una primera inspección se aprecia que las muestras poseen una costra que rodea el corte, por lo que indica que la corrosión sufrida ha sido generalizada, Imagen 82.

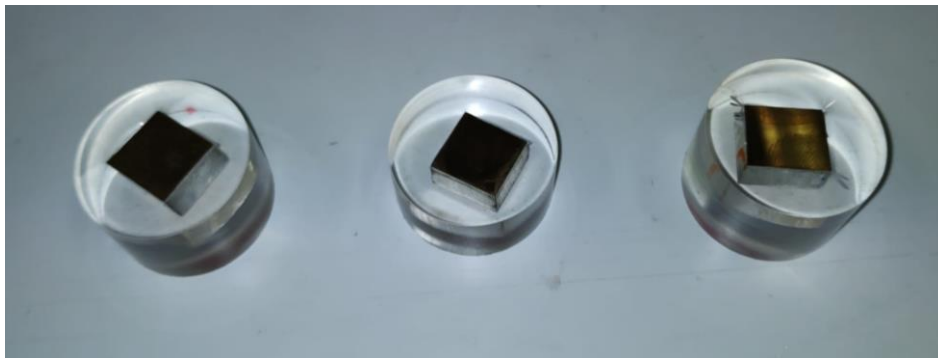


*Imagen 82: Muestra oxidada cortada*

Con el objetivo de inspeccionar más fácilmente las muestras se encapsulan en resina siguiendo el mismo procedimiento que el realizado para la metalografía.

Se realiza un pulido grueso de las muestras. Con ello se consigue llegar a la capa de óxido. Para evitar que se desprenda se pulirá solamente con el compuesto inicial del kit, el Aka –Piatto 220 con refrigeración por agua, velocidad del pulidor de 300 rpm y una fuerza de 35N durante 5 minutos.

Tras el pulido las muestras se encuentran con un acabado relativamente rugoso pero válido para la inspección. Se pueden ver en la Imagen 83.

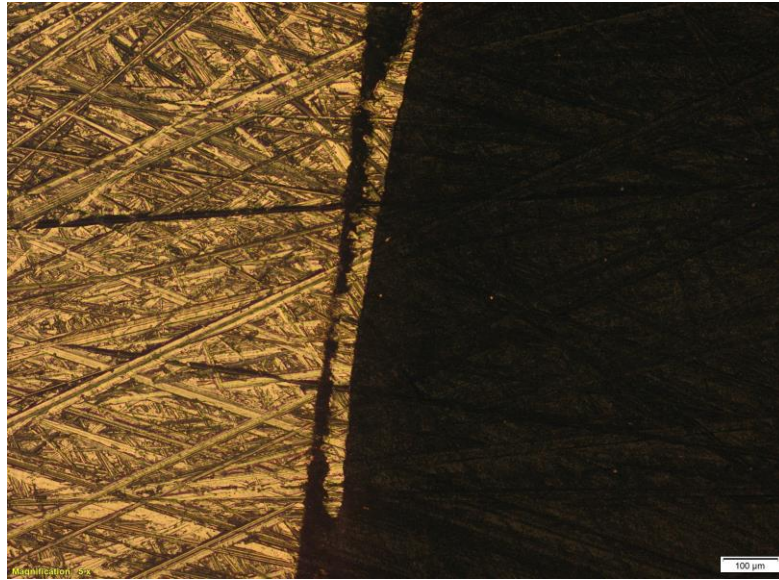


*Imagen 83: Muestras tras ser encapsuladas*

### 7.2.3. Análisis de las muestras

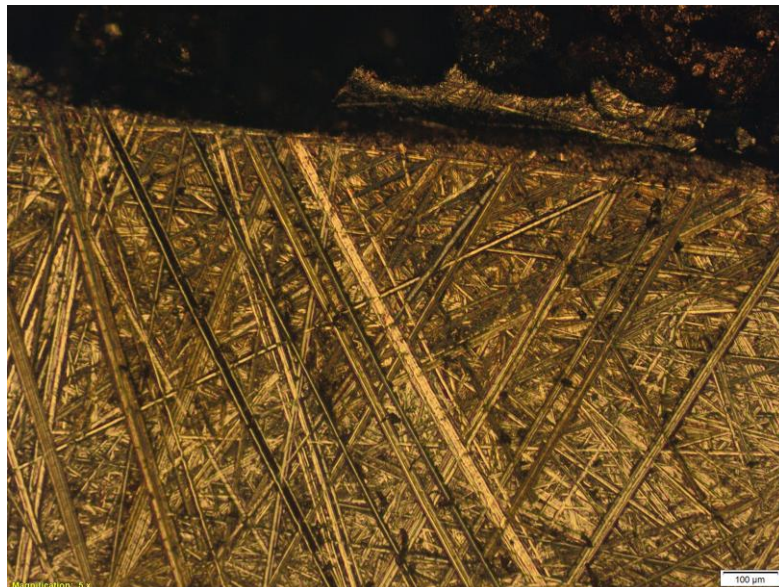
Las muestras encapsuladas son inspeccionadas en el microscopio óptico, el cuál es el mismo que el empleado en los análisis de metalografía.

A continuación, se exponen fotografías obtenidas en el microscopio óptico con un aumento del 50x.



*Imagen 84: Muestra A1 tras niebla salina y corte transversal*

La zona de amarillo brillante corresponde a la aleación de NAB y la zona oscura a la resina de la cápsula. Se observa dónde acaba la frontera, lugar en el que aparece el óxido superficial además del bronce arrastrado hacia la parte de la resina.



*Imagen 85: Muestra A3 tras niebla salina y corte transversal*



#### 7.2.4. Resultados

Tras observar todo el perímetro de las muestras seccionadas, al microscopio óptico no se aprecia penetración de óxido hacia el centro de la muestra, por lo que se puede decir que no se ha producido corrosión por picadura. La corrosión que se ha manifestado en las muestras bajo el ensayo de niebla salina ha sido del tipo generalizada. Esto era lo esperado, ya que como se ha visto en el estado del arte las aleaciones tienen un comportamiento muy bueno a este tipo de corrosión.

## 8. CONCLUSIONES

Como conclusión principal se debe mencionar que la diferente composición química de las aleaciones, en particular relativa al contenido en níquel, provoca un cambio significativo en el comportamiento de las mismas, según los tratamientos aplicados.

En cuanto a la microestructura, una mayor presencia de níquel cambia significativamente la presencia y composición de las diferentes fases. Provocando una mayor presencia de intermetálicos, situados en una matriz mucho más heterogénea la cual además es más difícil de homogenizar.

A través del tratamiento térmico, las aleaciones con menor cantidad de níquel responden de manera más efectiva a los tratamientos de recocido, bajando la dureza, sin embargo, una gran presencia de este componente provoca un fuerte efecto de envejecimiento, aumentando su dureza un con un enfriamiento más lento respecto de la muestra as-cast.

La corrosión que sufren las aleaciones NAB es de tipo general, no mostrándose picaduras apreciables fácilmente, además, la mayor presencia de níquel produce una menor cantidad de óxidos, siendo la capa más fina y encontrándose mejor adherida al material base.

Las muestras con mayor cantidad de níquel (aleación B), muestran una pérdida de masa de alrededor del 0.02%, mientras que las muestras con menos cantidad de este elemento (aleación A), rondan del 0,06% al 0,1%. Las muestras con tratamientos de homogenización responden mejor a la corrosión, con un efecto menor que el aumento de níquel en la composición.

En cuanto al estudio tribológico, la adición de níquel al igual que la homogenización de las muestras provoca un mejor comportamiento a desgaste, siendo los dos factores igual de importantes en este caso.

Como conclusión final cabe destacar que la aleación C95500 con la menor velocidad de enfriamiento ha resultado ser la más completa en cuanto a los comportamientos estudiados, ya que es la muestra que menos desgaste ha sufrido, ha obtenido una dureza relativamente alta con respecto a las demás muestras y además ha sufrido poco a corrosión.

## 9. TRABAJOS FUTUROS

Sobre el trabajo presentado en este documento se ha realizado una buena base para la continuación del estudio de estas aleaciones.

Debido a las aplicaciones en las que se utilizan las aleaciones tipo NAB se podrían considerar los ensayos de tribocorrosión, ya que es un fenómeno que sufren este tipo de aleaciones.

Sería también un posible trabajo de continuación la aplicación de diferentes tratamientos térmicos, como el temple y revenido, así como la aplicación de tratamientos físicos, como un *shot peening*, ya que tensiona la superficie del material, mejorando el comportamiento a fatiga.

Por otro lado, sería interesante poder estudiar otras aleaciones con diferente porcentaje de níquel en su composición química, con el objetivo de buscar el punto en el que la corrosión es mejor, es decir, el punto de transición en el que se produce el cambio entre óxidos rojos ( $\text{CuO}$ ) o verdes ( $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$ ).

## 10. AGRADECIMIENTOS

En primer lugar, quiero agradecer a Carlos Berlanga Labari la dirección de este proyecto Fin de Master, además de todo el tiempo dedicado y su implicación en el mismo.

En segundo lugar, quiero agradecer a Maria Victoria Biezma Moraleda, del departamento de Ciencia e Ingeniería del Terreno y los Materiales, de la Universidad de Cantabria por apoyarnos con el proyecto, tanto en la aportación de conocimientos en el campo de los bronce NAB como en la codirección del mismo.

Quisiera agradecer también a Jose Antonio García Lorente el tiempo dedicado en el laboratorio con la enseñanza y puesta a punto del tribómetro.

Por último, agradecer la aportación de los materiales a la empresa Navarra WIsco, situada en Betelu.

## 11. BIBLIOGRAFÍA

- [1] J. Duque Jaramillo, L. E. Llano Sánchez y V. A. Hernando, «Estructura cristalina del cobre, propiedades microscópicas mecánicas y de procesamiento,» *Ciencia e ingeniería neogranadina*, vol. 16, nº 2, pp. 96-103, 2006.
- [2] T. Wolf, Z. Fu y C. Körner, «Selective electron beam melting of an aluminum bronze: Microstructure and mechanical properties,» *Materials Letters*, vol. 238, pp. 241-244, 2019.
- [3] Universitat de Barcelona, «Materials,» [En línea]. Available: <http://www.ub.edu/cmematerials/es/content/aluminio-cobre-moldeado-en-arena>. [Último acceso: 27 Noviembre 2019].
- [4] Fernández-Carrasquilla y Cenoz-Echeverría, «Influence of the composition and heat treatments in the mehsanical propertiesof aluminium bronze alloys,» *Revista de metalurgia*, vol. 43, nº 4, pp. 272-283, 2007.
- [5] Z. P. D. D. L. Y. N. N. Y. W. D. L. Chen Shena, «The influence of post-production heat treatment on the multi-directional properties of nickel-aluminium bronze alloys usin wire-arc manufacturing process,» *Additive Manufacturing*, vol. 23, pp. 411-421, 2018.
- [6] T. R. M. Keiichiro Oh-Ishi, «Microstructural Modification of As-Cast NiAl Bronze,» *Metallurgical and materials transactions*, vol. 35A, pp. 2951-2961, 2004.
- [7] W. R. A. Al-Hashem, «The role of microstructure of nickel–aluminium–bronze alloy on its cavitation corrosion behavior in natural seawater,» *Materials Characterization*, vol. 48, nº 1, pp. 37-41, 2001.
- [8] J. Hobbs, «Erosion by cavitation or impingement,» *ASTM STP 408*, pp. 159-185, 1967.
- [9] Z. Qin, Q. Zhang, Q. Luo, Z. Wu, B. Shen, L. Liu y W. Hu, «Microstructure design to improve the corrosion and cavitation corrosion resistance of a nickel-aluminum bronze,» *Corrosion Science*, vol. 139, pp. 255-266, 2018.
- [10] J. Wharton, R. Barik, G. Kear, R. Wood, K. Stokes y F. Walsh, «The corrosion of nickel aluminium bronze in sea water,» *Corrosion Science*, vol. 47, nº 12, pp. 3336-3367, 2005.
- [11] E. A. C. Rose y G. Rose, «Microstructural characterization of cast nikel aluminium bronze,» *Journal of Material Science*, vol. 13, nº 8, pp. 1674-1657, 1978.
- [12] J. R. P. y. A. V. Villena, "Metales y aleaciones no férreas" ETS de Ingenieros de Minas, Madrid: Fundación Gomez-Pardo, 1976.



- [13] Y. Lv, L. Wang, X. Xu y W. Lu, «Effect of Post Heat Treatment on the Microstructure and Microhardness of Friction Stir Processed NiAl Bronze (NAB) Alloy,» *Metals*, vol. 5, pp. 1695-1703, 2015.
- [14] Z. Wu, Y. Cheng, L. Liu, W. Lv y W. Hu, «Effect of heat treatment on microstructure evolution and erosion–corrosion behavior of a nickel–aluminum bronze alloy in chloride solution,» *Corrosion Science*, vol. 98, pp. 260-270, 2015.
- [15] B. Zhao, Y. Lv, Y. Ding, L. Wang y W. Lu, «The grain refinement mechanisms of various phases in shot-peened Nickel-Aluminum bronze (NAB) alloy,» *Materials Characterization*, vol. 144, pp. 77-85, 2018.
- [16] S. Thapliyal y D. K. Dwivedi, «Microstructure evolution and tribological behavior of the solid lubricant based surface composite of cast nickel aluminum bronze developed by friction stir processing,» *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 238, pp. 30-38, 2016.
- [17] Z. Qin, Q. Luo, Q. Zhang, Z. Wu, L. Liua, B. Shen y W. Hu, «Improving corrosion resistance of nickel-aluminum bronzes by surface modification with chromium ion implantation,» *Surface and Coatings Technology*, vol. 334, pp. 402-409, 2018.
- [18] M. Moussa, M. Waly y M. Amin, «Effect of high intensity ultrasonic treatment on microstructural modification and hardness of a nickel-aluminum bronze alloy,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 74, pp. 804-813, 2018.
- [19] M. K. Yaseen, M. Mansoor, H. A. Ansari, S. Hussain y S. Khan, «Effect of Heat Treatment on Tribological Characteristics Of CuAl10Ni5Fe4 Nickel Aluminium Bronze,» *Key Engineering Materials*, vol. 778, pp. 61-67, 2018.
- [20] W. Zhai, W. Lu, P. Zhang, J. Wang, X. Liu y L. Zhou, «Wear-triggered self-healing behavior on the surface of nanocrystalline nickel aluminum bronze/Ti3SiC2 composites,» *Applied Surface Science*, vol. 436, pp. 1038-1049, 2018.
- [21] ASTM International, Standard Test Method for Wear Testing with a Pin on Disk Apparatus, G 99 - 95a, United States, 2000.
- [22] J. Wharton y K. Stokes, «The influence of nickel-aluminium bronze microstructure and crevice solution on the initiation of crevice corrosion,» *Electrochimica Acta*, vol. 53, nº 5, pp. 2463-2473, 2008.
- [23] J. Böhm, P. Linhardt, S. Strobl, R. Haubner y M. V. Biezma, «Microstructure of a Heat Treated Nickel-Aluminum Bronze and Its Corrosion Behavior in Simulated Fresh and Sea Water,» *Materials Performance and Characterization*, vol. 5, nº 5, pp. 689-700, 2016.

- [24] I. Cobo, M. Biezma y L. Sánchez, «Estudio microestructural de bronce de aluminio y níquel (NAB) y bronce de aluminio y manganeso (MAB): Efecto de dos reactivos químicos,» *Sociedad Española de Materiales (SOCIEMAT)*, vol. 1, nº 3, pp. 59-62, 2017.
- [25] I. C. Echeverría, «Caracterización mecánica de aleaciones estructurales de cupraluminios complejos. Determinación experimental de parámetros fundamentales de fatiga y fractura,» Pamplona, 2007.
- [26] ASTM International, Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens, G 1-90, United States, 1999.
- [27] ASTM International, Standard Practice for Operating Salt Spray (Fog) Apparatus, B117-11, United States, 2011.
- [28] S. R. F., L. V. A., V. F. R. y W. R. S., «Tratamiento térmico de los bronce de aluminio complejos, transformación martensítica y la fase kappa - templabilidad,» *Revista del Instituto de Investigación (RIIGEO)*, vol. 14, nº 27, pp. 65-72, 2011.